

**Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan (*Precipitated Calcium Carbonate*) dari Batuan Kapur Alam Tuban dengan Metode Soda Api**

**SKRIPSI**

Oleh:

**Elsa Desyta Putri  
125090205111001**



**JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
UNIVERSITAS BRAWIJAYA  
MALANG  
2016**



**Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan (*Precipitated Calcium Carbonate*) dari Batuan Kapur Alam Tuban dengan Metode Soda Api**

**SKRIPSI**

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains  
dalam Bidang Kimia

Oleh:  
**Elsa Desyta Putri**  
**125090205111001**



**JURUSAN KIMIA**  
**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**  
**UNIVERSITAS BRAWIJAYA**  
**MALANG**  
**2016**

## LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI

### **Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan (*Precipitated Calcium Carbonate*) dari Batuan Kapur Alam Tuban dengan Metode Soda Api**

Oleh:

**Elsa Desyta Putri**  
**125090205111001**

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji pada tanggal  
..... dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh  
gelar Sarjana Sains dalam Bidang Kimia

Pembimbing I

Pembimbing II

Dra. Sri Wardhani, M.Si  
NIP. 196802261992032001

Dr.rer.nat. Rachmat Triandi T., S.Si., M.Si  
NIP. 197207172000031002

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Kimia  
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Dr. Edi Priyo Utomo, MS.  
NIP. 195712271986031003

## LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Elsa Desyta Putri

NIM : 125090205111001

Jurusan : Kimia

Penulis skripsi berjudul :

Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan  
(*Precipitated Calcium Carbonate*) dari Batuan  
Kapur Alam Tuban dengan Metode Soda Api.

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dalam skripsi ini.
  2. Apabila dikemudian hari ternyata skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung segala resiko yang akan saya terima.
- Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 07 Januari 2016

Yang menyatakan,

( Elsa Desyta Putri )

NIM. 125090205111001

# **Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan (*Precipitated Calcium Carbonate*) dari Batuan Kapur Alam Tuban dengan Metode Soda Api**

## **ABSTRAK**

Sintesis kalsium karbonat terendapkan telah dilakukan dengan memanfaatkan batuan kapur alam Tuban sebagai bahan dasar. Batu kapur di daerah Tuban, Jawa Timur merupakan mineral alam yang mengandung kalsium cukup tinggi dan keberadaannya melimpah namun nilai jual masih rendah. Batu kapur dapat ditingkatkan kualitasnya melalui sintesis kalsium karbonat terendapkan dengan metode soda api meliputi proses kalsinasi batu kapur, pelarutan CaO hasil kalsinasi dalam  $\text{HNO}_3$  konsentrasi 2, 4, 6, 8M dan penambahan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  konsentrasi 0,25; 0,5; 0,75; 1M dalam filtrat yang dihasilkan untuk mendapatkan endapan kalsium karbonat yang direaksikan selama 60 menit. Dari hasil penelitian diperoleh kalsium karbonat terendapkan berwarna putih dengan rendemen tertinggi sebesar 63,8% pada penambahan  $\text{HNO}_3$  6M dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1M. Karakterisasi hasil menggunakan XRF menunjukkan bahwa kandungan Ca dalam kalsium karbonat terendapkan meningkat yaitu sebesar 98,97%. Berdasarkan analisis FT-IR, XRD dan SEM-EDX, kalsium karbonat terendapkan mempunyai bentuk kristal kalsit dan vaterit pada variasi lama pengadukan 30, 60, dan 90 menit. Ukuran partikel ditentukan melalui pengujian PSA dan diketahui bahwa kristal kalsium karbonat terendapkan memiliki ukuran partikel  $< 100 \mu\text{m}$  yang terbentuk akibat dari partikel-partikel yang terus tumbuh beragregasi pada larutan yang jenuh.

**Kata Kunci:** batu kapur, kalsium karbonat terendapkan, soda api

# Synthesis Precipitated Calcium Carbonate from Natural Limestone Tuban with Caustic Soda Method

## ABSTRACT

Synthesis of precipitated calcium carbonate was performed by utilizing Tuban natural limestone as the base material. Limestone in Tuban, East Java is a natural mineral containing calcium is high enough and the existence of abundant but the value of sales is still low. Limestone can be enhanced through the synthesis of precipitated calcium carbonate with caustic soda method includes calcination of limestone, dissolving CaO calcination results in  $\text{HNO}_3$  concentrations of 2, 4, 6, 8M and the addition of  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  concentrations of 0.25; 0.5; 0.75; 1M in the resulting filtrate to obtain precipitated calcium carbonate reacted for 60 minutes. From the results obtained by the precipitated of calcium carbonate is white with the highest yield of 63.8% on the addition of 6M  $\text{HNO}_3$  and 1M  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ . Characterization using XRF results showed that the content of Ca in precipitated calcium carbonate increases in the amount of 98.97%. Based on the analysis of FT-IR, XRD and SEM-EDX, precipitated calcium carbonate has a crystalline form of calcite and vaterit on the variation of reaction time 30, 60, and 90 minutes. The particle size is determined through PSA testing and it is known that the deposition of calcium carbonate crystals have a particle size of  $<100\text{ }\mu\text{m}$  formed by particles which continue to grow aggregate in the saturated solution.

**Keywords:** *limestone, precipitated calcium carbonate, caustic soda*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Allah SWT yang telah memberikan berkat, rahmat, dan karunia-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir “Skripsi” dengan baik. Skripsi ini berjudul **“Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan (*Precipitated Calcium Carbonate*) dari Batuan Kapur Alam Tuban dengan Metode Soda Api”**. Penulisan skripsi ini bertujuan untuk menambah pengetahuan mengenai kelimpahan alam yang dapat disintesis untuk dijadikan produk yang lebih bernilai tinggi dan dapat di aplikasikan ke berbagai bidang.

Penulis mengucapkan terimakasih atas segala bantuan, dorongan, bimbingan, arahan, dan motivasi yang telah diberikan secara langsung maupun tidak langsung, khususnya kepada :

1. Dra. Sri Wardhani, M.Si., selaku Dosen Pembimbing I Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya,
2. Dr.rer.nat. Rachmat Triandi T., S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing II Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya,
3. Drs. Danar Purwonugroho, M.Si., selaku Dosen Penguji dan Ketua Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya,
4. Dr. Edi Priyo Utomo, M.S., selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya,
5. Siti Mariyah Ulfa, S.Si., M.Sc., Dr.Sc., selaku Dosen Penasehat Akademik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya,
6. Seluruh Karyawan Tata Usaha Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya,
7. Bapak Aprial Jastirbah, selaku Laboran Laboratorium Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya
8. Orang tua dan keluarga saya yang telah memberikan motivasi serta dukungan moril dan materil,
9. Noor Isnaini Azkiya dan Fanny Prasetya “Squad PKM-P PCC” yang telah memberikan dukungan,



10. Sahabat-sahabat yang saya sayangi Isna, Fanny, Emi, Nurul, Novia, Maryam, Dian, dan mbak Nenny yang telah memberikan dukungan,
11. Dan teman-teman saya yang telah memberikan dukungan.  
Demikian Tugas Akhir “Skripsi” ini saya buat dengan penuh tanggungjawab dan semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat.

Malang,

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b>	i
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b>	ii
<b>HALAMAN PERNYATAAN</b>	iii
<b>ABSTRAK</b>	iv
<b>ABSTRACT</b>	v
<b>KATA PENGANTAR</b>	vi
<b>DAFTAR ISI</b>	viii
<b>DAFTAR GAMBAR</b>	x
<b>DAFTAR TABEL</b>	xi
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b>	xii
<b>BAB I PENDAHULUAN</b>	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	2
1.3 Batasan Masalah	2
1.4 Tujuan Penelitian	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>	
2.1 Batu Kapur	4
2.2 Kalsium Oksida	4
2.3 Kalsium Karbonat Terendapkan	5
2.4 Metode Pembuatan Kalsium Karbonat Terendapkan	7
2.5 Sifat Fisis Kalsium Karbonat Terendapkan	8
2.6 Aplikasi Kalsium Karbonat Terendapkan	11
2.7 Pengaruh Konsentrasi $\text{HNO}_3$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3$	13
2.8 Pengaruh Lama Pengadukan	14
2.9 Karakterisasi XRF	14
2.10 Karakterisasi XRD	14
2.11 Karakterisasi FT-IR	15
2.12 Karakterisasi SEM-EDX	16
2.13 Karakterisasi PSA	17
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b>	
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	18
3.2 Alat dan Bahan Penelitian	18
3.3 Tahapan Penelitian	18
3.4 Prosedur Penelitian	
3.4.1 Preparasi Sampel	19

3.4.2 Proses Sintesis	19
3.4.3 Karakterisasi Sampel	
3.4.3.1 Karakterisasi dengan XRF	20
3.4.3.2 Karakterisasi dengan FT-IR	20
3.4.3.3 Karakterisasi dengan XRD	20
3.4.3.4 Karakterisasi dengan SEM-EDX	20
3.4.3.5 Karakterisasi dengan PSA	21
3.5 Perhitungan Rendemen	21
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN</b>	
4.1 Preparasi Sampel	22
4.2 Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan	
4.2.1 Pengaruh $[\text{HNO}_3]$ dan $[\text{Na}_2\text{CO}_3]$	24
4.2.2 Pengaruh Lama Pengadukan	26
4.2.3 Kalsium Karbonat Terendapkan	26
4.3 Karakterisasi	
4.3.1 Karakterisasi Sampel dengan XRF	27
4.3.2 Karakterisasi Sampel dengan FT-IR	31
4.3.3 Karakterisasi Sampel dengan XRD	37
4.3.4 Karakterisasi Sampel dengan SEM-EDX	43
4.3.5 Karakterisasi Sampel dengan PSA	45
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b>	
5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran	47
<b>DAFTAR PUSTAKA</b>	48
<b>LAMPIRAN</b>	57

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1: Bentuk kristal $\text{CaCO}_3$ terendapkan	6
Gambar 2.2: Polimorfik kalsit	9
Gambar 2.3: Polimorfik aragonit dan vaterit	11
Gambar 2.4: Standar FT-IR $\text{CaCO}_3$ terendapkan	16
Gambar 2.5: Mikrograf SEM dari $\text{CaCO}_3$ terendapkan	17
Gambar 4.1: Spektrum XRF batu kapur alam	22
Gambar 4.2: CaO hasil kalsinasi	23
Gambar 4.3: Grafik hubungan $[\text{Na}_2\text{CO}_3]$ dengan massa $\text{CaCO}_3$	25
Gambar 4.4: $\text{CaCO}_3$ terendapkan hasil sintesis	27
Gambar 4.5: Spektrum XRF $\text{CaCO}_3$ terendapkan	28
Gambar 4.6: Spektra FT-IR	
4.6a: Batu kapur dan $\text{CaCO}_3$ murni	32
4.6b: Batu kapur, $\text{CaCO}_3$ murni, dan CaO	32
4.6c: $\text{CaCO}_3$ murni dan $\text{CaCO}_3$ 30 menit	33
4.6d: $\text{CaCO}_3$ murni dan $\text{CaCO}_3$ 60 menit	33
4.6e: $\text{CaCO}_3$ murni dan $\text{CaCO}_3$ 90 menit	34
4.6f: $\text{CaCO}_3$ murni dan $\text{CaCO}_3$ 30, 60, dan 90 menit	34
Gambar 4.7: Difraktogram	
4.7a: Batu kapur	38
4.7b: CaO	38
4.7c: $\text{CaCO}_3$ lama pengadukan 30 menit	39
4.7d: $\text{CaCO}_3$ lama pengadukan 60 menit	39
4.7e: $\text{CaCO}_3$ lama pengadukan 90 menit	40
Gambar 4.8: Difraktogram $\text{CaCO}_3$ terendapkan 30, 60, 90 menit	41
Gambar 4.9: Morfologi SEM batu kapur dan $\text{CaCO}_3$ sintesis	43
Gambar 4.10: EDX batu kapur dan $\text{CaCO}_3$ terendapkan	44
Gambar 4.11: Distribusi ukuran partikel $\text{CaCO}_3$ terendapkan	45

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1: Pemakaian $\text{CaCO}_3$ terendapkan secara global	12
Tabel 2.2: Spesifikasi kimia $\text{CaCO}_3$ terendapkan	12
Tabel 4.1: Kadar unsur sampel batu kapur dengan XRF	23
Tabel 4.2: Massa $\text{CaCO}_3$ terendapkan	24
Tabel 4.3: Massa $\text{CaCO}_3$ terendapkan variasi lama pengadukan	26
Tabel 4.4: Kadar unsur $\text{CaCO}_3$ terendapkan dengan XRF	30
Tabel 4.5: Vibrasi karbonat $\text{CaCO}_3$ terendapkan	36
Tabel 4.6: Sudut $2\theta$ $\text{CaCO}_3$ terendapkan	
4.6a: Lama pengadukan 30 menit	42
4.6b: Lama pengadukan 60 menit	42
4.6c: Lama pengadukan 90 menit	42
Tabel 4.7: Ukuran partikel $\text{CaCO}_3$ terendapkan	46

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A. Skema kerja	
A.1 Sintesis $\text{CaCO}_3$ terendapkan	57
A.2 Pemurnian besi	58
Lampiran B. Perhitungan	
B.1 Perhitungan $\text{Na}_2\text{CO}_3$	59
B.2 Pengenceran $\text{HNO}_3$ 65%	59
Lampiran C. Spektra FT-IR standar	
C.1 Kristal vaterit	61
C.2 Kristal aragonit	61
C.3 Kristal kalsit	61
C.4 Vibrasi karbonat semua polimorfi	62
Lampiran D. JCPDS $\text{CaCO}_3$ terendapkan	
D.1 Kristal kalsit	63
D.2 Kristal vaterit	64
D.3 Kristal aragonit	66
D.4 $\text{Ca(OH)}_2$	68

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Batu kapur merupakan batuan sedimen yaitu batuan sedimen non-klastik yang terbentuk dari proses kimia ataupun proses biologi dengan kandungan utama adalah mineral kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Batu kapur disebut juga batu gamping atau *limestone* [1]. Keberadaan batu kapur di Indonesia sangat melimpah dan tersebar merata di seluruh kepulauan Indonesia. Salah satu daerah penghasil batu kapur adalah Tuban, Jawa Timur. Dinas ESDM Jawa Timur mempublikasikan bahwa potensi batu kapur yang tersedia sebesar  $\pm 1.259.438.298 \text{ m}^3$  [2].

Keberadaan batu kapur alam yang melimpah dapat ditingkatkan kualitasnya dengan nilai jual tinggi melalui sintesis kalsium karbonat terendapkan. Di Indonesia belum ada industri yang memproduksi kalsium karbonat terendapkan. Kalsium karbonat terendapkan memiliki peluang besar di pasaran dan teknologi pembuatannya sederhana. Kalsium karbonat terendapkan adalah produk pengolahan batu kapur melalui proses reaksi kimia yang memiliki ukuran partikel yang kecil (skala mikro) dan homogen. Pemakaian kalsium karbonat terendapkan dalam industri semakin luas. Saat ini kalsium karbonat terendapkan telah digunakan sebagai aditif pada obat-obatan, makanan, kertas, plastik dan tinta [3]. Data Badan Pusat Statistik menunjukkan bahwa Indonesia mengimpor kalsium karbonat terendapkan sebesar 30.000.000 – 40.000.000 kg per tahun dan pada tahun 2006 impor kalsium karbonat terendapkan di Indonesia mencapai 45.766.370 kg [4].

Metode sintesis kalsium karbonat terendapkan terbagi menjadi tiga yaitu soda api, *solway*, dan karbonasi. Pada metode soda api,  $\text{CaO}$  hasil kalsinasi dari batu kapur direaksikan dengan asam nitrat yang akan membentuk garam kalsium nitrat yang mudah larut. Garam yang terbentuk direaksikan dengan larutan natrium karbonat sehingga terbentuk endapan kalsium karbonat [5].

Hasil karakterisasi dengan XRF menunjukkan bahwa ada unsur Ca sebanyak 92% dalam sampel batu kapur dari Desa Karangasem, Kecamatan Jenu, Kabupaten Tuban. Kadar Ca yang tinggi berpotensi untuk membentuk  $\text{CaCO}_3$  [6]. Oleh karena itu, penulis melakukan

penelitian lebih lanjut mengenai sintesis kalsium karbonat terendapkan berbahan dasar batu kapur alam dari daerah Tuban dengan metode soda api. Metode soda api membutuhkan bahan  $\text{CaO}$  hasil kalsinasi batu kapur, asam nitrat, natrium karbonat, dan akuades. Metode soda api yang dilakukan meliputi variasi konsentrasi  $\text{HNO}_3$  2 - 8M dan variasi konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,25 - 1M. Penelitian sebelumnya, metode soda api dilakukan dengan variasi konsentrasi  $\text{HNO}_3$  1 - 2M dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  0,25 - 2M. Secara teoritis, semakin besar konsentrasi  $\text{HNO}_3$  maka semakin meningkat kelarutan ion kalsiumnya dan asam nitrat merupakan asam kuat yang dapat bereaksi keras dengan oksida logam seperti kalsium oksida membentuk garam yang mudah larut serta larutan natrium karbonat sebagai sumber ion karbonat yang akan bereaksi dengan ion kalsium membentuk endapan kalsium karbonat [7]. Kemudian dilakukan variasi lama pengadukan pada variasi konsentrasi asam nitrat dan natrium karbonat yang menghasilkan rendemen tertinggi. Variasi waktu yang digunakan adalah 30, 60 dan 90 menit. Kalsium karbonat terendapkan yang didapat, dikarakterisasi dengan XRF, FT-IR, XRD, SEM-EDX, dan PSA.

## **1.2 Perumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini meliputi:

1. Berapakah konsentrasi optimum  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  terhadap rendemen kalsium karbonat terendapkan metode soda api?
2. Bagaimanakah pengaruh lama pengadukan terhadap bentuk kristal kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan dari metode soda api?
3. Bagaimanakah karakter kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan?

## **1.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah dari penelitian ini meliputi:

1. Konsentrasi  $\text{HNO}_3$  yang digunakan 2, 4, 6, dan 8M.
2. Konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang digunakan 0,25; 0,5; 0,75; dan 1M.
3. Lama pengadukan yang digunakan 30, 60, dan 90 menit dengan kecepatan pengadukan 400 rpm.



4. Kecepatan alir  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang digunakan 2,5 mL/menit.
5. Karakterisasi kalsium karbonat terendapkan menggunakan XRF, FT-IR, XRD, SEM-EDX, dan PSA.

#### **1.4 Tujuan Penelitian**

Tujuan dari penelitian ini:

1. Mengetahui konsentrasi optimum  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  terhadap rendemen kalsium karbonat terendapkan.
2. Mengetahui pengaruh lama pengadukan terhadap bentuk kristal kalsium karbonat terendapkan.
3. Mengetahui karakter kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan.

#### **1.5 Manfaat Penelitian**

Sebagai sarana untuk meningkatkan nilai jual batu kapur alam dengan cara sintesis yang menghasilkan produk kalsium karbonat terendapkan serta mengurangi impor kalsium karbonat terendapkan.

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Batu Kapur

Batu kapur merupakan batuan yang banyak mengandung kalsium karbonat. Batuan ini memiliki warna kuning, abu-abu kuning tua, abu-abu kebiruan, jingga dan hitam. Batu kapur dalam keadaan murni mempunyai bentuk kristal kalsit yang terdiri dari  $\text{CaCO}_3$  serta memiliki berat jenis  $2,6 - 2,8 \text{ gr/cm}^3$  [8]. Batu kapur merupakan satu-satunya bahan untuk memproduksi kalsium karbonat terendapkan [9].

Batu kapur dapat juga didefinisikan sebagai bagian dari batuan sedimen, yaitu batuan sedimen non-klastik yang terbentuk dari proses kimia atau proses biologi. Batu kapur disebut juga batu gamping atau *limestone*. Kandungan utama batu kapur adalah mineral kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) yang terjadi akibat proses kimia dan atau organik. Secara umum mineral yang terkandung dalam batu kapur adalah kalsium karbonat kalsit sebesar 95%, dolomit 3% dan sisanya adalah mineral *clay* [1]. Batu kapur yang dikalsinasi, menghasilkan kalsium oksida. Reaksi dekomposisi termal dari kalsium karbonat dinyatakan pada persamaan 2.1 [8]:



Berdasarkan penelitian sebelumnya, batu kapur di daerah Kabupaten Tuban dikatakan memiliki tingkat kemurnian yang sangat tinggi karena fraksi kalsium yang terkandung di dalam batu kapur tersebut sebesar 98%. Kemurnian batu kapur bervariasi bergantung material tambahan yang terkandung didalamnya seperti besi, kalium, iodin dan logam berat lain yang dapat mempengaruhi kualitas produk  $\text{CaCO}_3$  yang dihasilkan [10]. Batu kapur di salah satu pegunungan kapur di Desa Guwo Terus Kecamatan Montong Kabupaten Tuban mengandung unsur kalsium mencapai 98,13% [11].

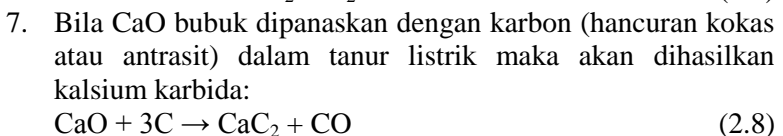
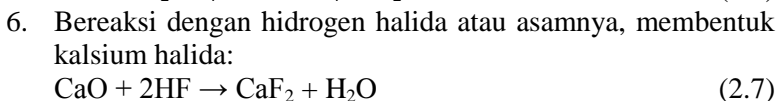
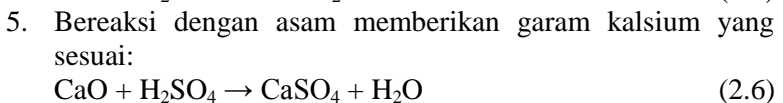
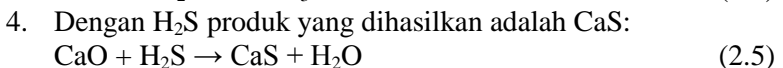
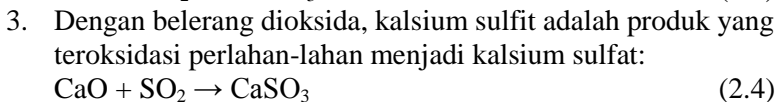
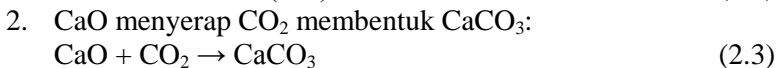
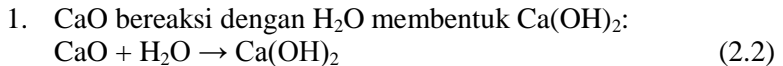
### 2.2 Kalsium Oksida

Kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) merupakan suatu padatan berupa bubuk atau butiran berwarna abu-abu keputihan dengan kristal berbentuk kubik. Senyawa  $\text{CaO}$  memiliki berat molekul 56,077 g/mol dan biasa disebut juga kapur/kapur tohor. Kalsium oksida memiliki densitas sebesar  $3,34 \text{ g/cm}^3$ , meleleh pada  $2572^\circ\text{C}$ , menjadi

pijar ketika dipanaskan pada titik lelehnya dan menguap pada suhu 2850°C. Larut dalam air membentuk kapur padam, larut dalam asam dengan reaksi dekomposisi dan praktis tidak larut dalam alkohol [12].

Kalsium oksida dapat diperoleh dari batu kapur yang dikalsinasi pada temperatur di bawah 1.200°C. Produk komersial biasanya mengandung 90-95% CaO bebas. Impuritis yang banyak terkandung dalam CaO yaitu kalsium karbonat, magnesium karbonat, magnesium oksida, oksida besi, dan alumunium oksida [12].

Reaksi-reaksi kimia kalsium oksida [12]:



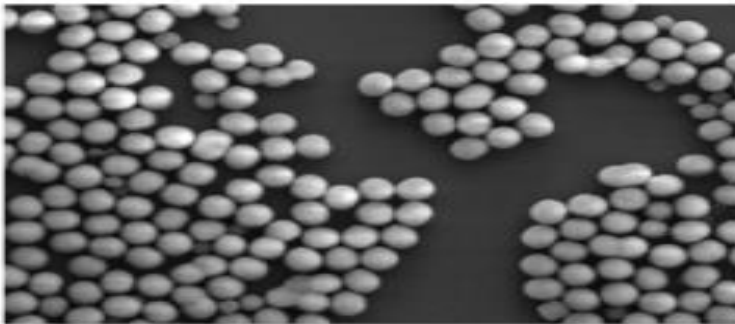
Kalsium oksida banyak digunakan dalam pembuatan bahan bangunan dan konstruksi termasuk batu bata, mortar dan plester. Kalsium oksida juga bisa digunakan sebagai fluks dalam pembuatan baja yaitu bahan pengikat pengotor [13].

### 2.3 Kalsium Karbonat Terendapkan

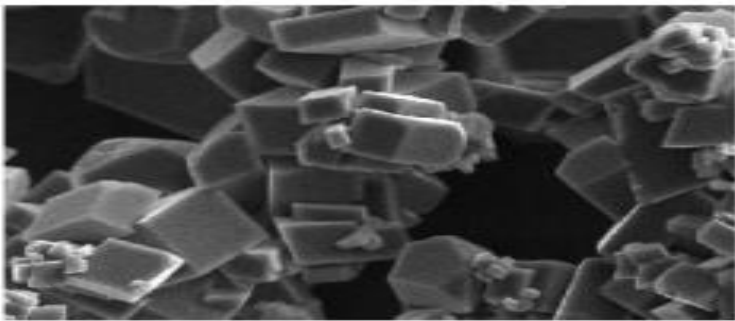
Kalsium karbonat terendapkan adalah produk pengolahan batu kapur melalui serangkaian reaksi kimia yang memiliki keistimewaan seperti ukuran partikel yang kecil (skala mikro) dan

homogen. Keistimewaan karakteristik kalsium karbonat terendapkan yang dimiliki, menyebabkan pemakaian kalsium karbonat terendapkan dalam industri menjadi semakin luas. Saat ini kalsium karbonat terendapkan telah digunakan sebagai aditif pada obat-obatan, makanan, kertas, plastik dan tinta [3].

Kalsium karbonat terendapkan memiliki tiga macam bentuk kristal yaitu kalsit, aragonit, dan vaterit dengan struktur kristal berturut-turut *rhombohedral*, *orthorombic* dan *hexagonal* [14, 15]. Kalsit merupakan fasa yang stabil pada temperatur ruang, sementara vaterit dan aragonit merupakan fase metastabil yang dapat bertransformasi ke dalam fase stabil (kalsit) [28]. Perbedaan dari ketiga struktur fase yang dimiliki  $\text{CaCO}_3$  yaitu pada jumlah atom O yang mengelilingi setiap atom Ca. Formasi struktur yang terjadi pada kalsit, vaterit dan aragonit secara berturut-turut adalah  $\text{CaO}_6$ ,  $\text{CaO}_8$  dan  $\text{CaO}_9$  [16]. Berikut tersaji bentuk kristal kalsium karbonat terendapkan pada Gambar 2.1.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 2.1:** Bentuk kristal kalsium karbonat terendapkan diperoleh dari literatur [16] (a) vaterit, (b) kalsit, dan (c) aragonit

Pembentukan morfologi dan fasa dari kalsium karbonat terendapkan dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu supersaturasi, pH larutan suspensi, temperatur dan sebagainya [17]. Faktor-faktor tersebut memiliki pengaruh penting dalam pembentukan kalsium karbonat terendapkan.

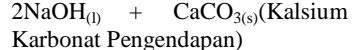
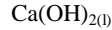
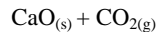
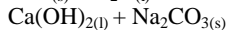
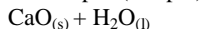
## 2.4 Metode Pembuatan Kalsium Karbonat Terendapkan

Paten US6402824 [18] menjelaskan bahwa proses pembuatan kalsium karbonat terendapkan menggunakan proses kalsinasi  $\text{CaCO}_3$  menjadi  $\text{CaO}$  yang dilanjutkan proses karbonasi menggunakan gas  $\text{CO}_2$ . Kemudian dilakukan separasi dan penghalusan kalsium karbonat terendapkan agar diperoleh kalsium karbonat terendapkan dengan ukuran partikel berdiameter kurang dari sama dengan 1 mikron.

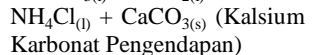
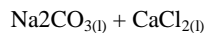
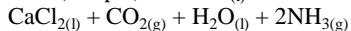
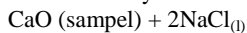
Metode sintesis kalsium karbonat terendapkan dibagi menjadi tiga yaitu [19]:

1. Metode Soda Api

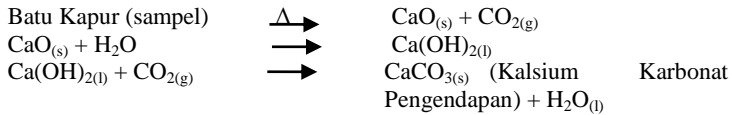
Batu kapur (sampel)



2. Metode Solvay



### 3. Metode Karbonasi



Berdasarkan penelitian sebelumnya, telah berhasil dilakukan sintesis kalsium karbonat terendapkan berbahan dasar batu kapur dengan metode soda api dan karbonasi. Sintesis kalsium karbonat terendapkan dengan metode soda api dilakukan dengan kalsinasi batu kapur dilanjutkan dengan variasi konsentrasi penambahan  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  serta dilakukan variasi waktu reaksi. Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  yang ditambahkan maka semakin tinggi pula rendemen yang diperoleh [5]. Sedangkan sintesis kalsium karbonat terendapkan metode karbonasi dilakukan dengan kalsinasi batu kapur dilanjutkan dengan pelarutan menggunakan pelarut  $\text{HCl}$ , kemudian ditambahkan  $\text{NH}_4\text{OH}$  dan akuades. Selanjutnya, dilakukan proses karbonasi yaitu dengan cara mengalirkan gas  $\text{CO}_2$  ke dalam larutan dengan variasi temperatur karbonasi dan variasi laju alir  $\text{CO}_2$ . Hasil penelitian yang diperoleh menunjukkan bahwa fase kalsit dapat terbentuk pada setiap proses karbonasi, vaterit pada temperatur rendah dengan laju alir tinggi serta aragonit terbentuk pada temperatur tinggi dengan laju alir rendah [20].

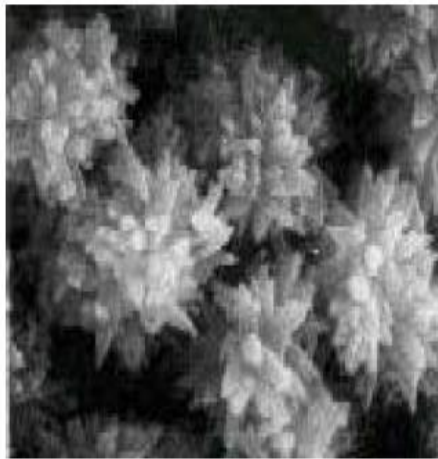
## 2.5 Sifat Fisis Kalsium Karbonat Terendapkan

Kristal kalsium karbonat terendapkan, ketika disintesis dengan media air akan membentuk 3 macam polimorfik yaitu kalsit, vaterit dan aragonit. Ketiga polimorfik tersebut memiliki sudut difraksi  $2\theta$  dan indeks miller yang berbeda. Bentuk kristal kalsit memiliki indeks miller 104 dengan sudut difraksi  $2\theta$   $29,5^\circ$ ; aragonit indeks miller 221 dengan sudut difraksi  $2\theta$   $47^\circ$  dan vaterit indeks miller 110 dengan sudut difraksi  $2\theta$   $25^\circ$  [21].

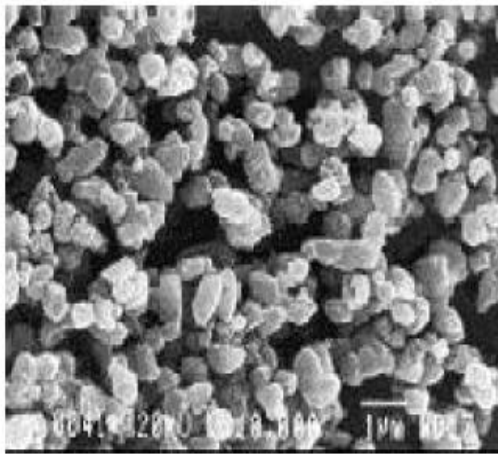
Terbentuknya macam-macam bentuk kristal tersebut dipengaruhi oleh temperatur, pH larutan, derajat saturasi, kecepatan aliran laju  $\text{CO}_2$  bila menggunakan metode karbonasi serta adanya bahan aditif. Setiap fase membutuhkan kondisi lingkungan dan energi penyusun yang berbeda. Temperatur pada rentang  $10^\circ\text{C} - 40^\circ\text{C}$ , fase yang terbentuk berupa kalsit dan vaterit. Rentang temperatur  $60^\circ\text{C} - 80^\circ\text{C}$  dihasilkan aragonit dan kalsit. Sementara

ketiga fase kristal muncul diantara kedua rentang ini. Jadi, fase vaterit hanya terbentuk pada rentang temperatur tertentu dan mencapai fraksi optimum pada temperatur 35°C [22].

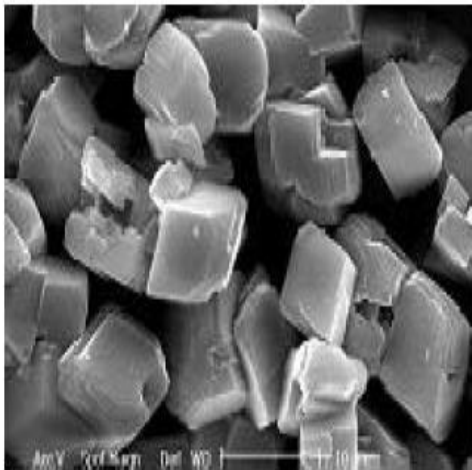
Bentuk kristal vaterit dapat berubah menjadi kalsit dengan mediasi pelarut [23]. Sedangkan bentuk kristal vaterit sensitif terhadap waktu reaksi dimana semakin lama waktu reaksi maka bentuk kristal vaterit dapat berubah menjadi kalsit [24]. Kalsit memiliki struktur kristal *rhombohedral*, *scalenohedral* dan prismatic. Aragonit memiliki struktur kristal *cluster* dan *discrete needle-like* serta vaterit memiliki struktur kristal bulat (*sphere*) [7, 25]. Berikut tersaji struktur kristal kalsit pada Gambar 2.2.



(a)



(b)

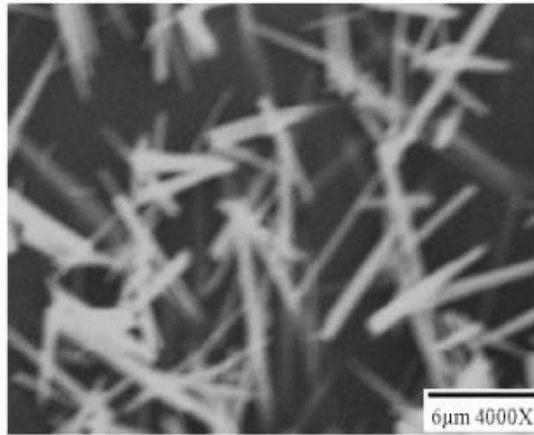


(c)

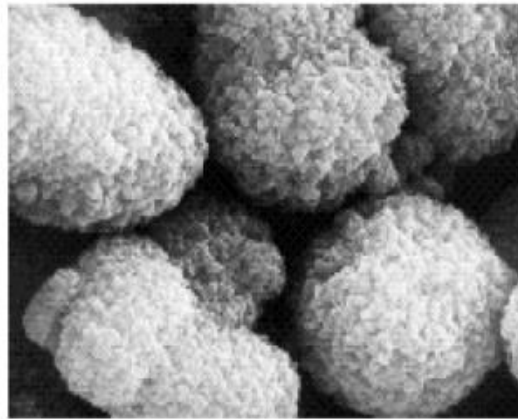


**Gambar 2.2:** Polimorfik kalsit diperoleh dari literatur [16]  
 (a) *scalenohedral* (triangular), (b) *barrel-shaped* (prismatik), dan  
 (c) *rhombohedral* (kubus)





(a)



(b)

**Gambar 2.3:** Polimorfik diperoleh dari literatur [26]

(a) aragonit (*needle-like*) dan (b) vaterit (*spherical*)

## 2.6 Aplikasi Kalsium Karbonat Terendapkan

Kalsium karbonat terendapkan memiliki banyak aplikasi dalam berbagai bidang diantaranya adalah dalam pembuatan kertas, karet, cat, dalam industri makanan, kosmetik, obat-obatan dan pasta gigi [27]. Aplikasi kalsium karbonat terendapkan ditentukan oleh beberapa parameter diantaranya morfologi, ukuran, luas permukaan dan sebagainya [28]. Pemakaian kalsium karbonat terendapkan

secara global tersaji pada Tabel 2.1 dan spesifikasi kimia yang khas dari produk kalsium karbonat terendapkan tersaji pada Tabel 2.2.

**Tabel 2.1:** Pemakaian kalsium karbonat terendapkan secara global [20]

Industri	Pemakaian (%)
Kertas	72,0
Cat	8,0
Plastik	5,0
Karet	4,5
Makanan, kosmetik dan farmasi	4,0
Pengemasan tekstil	2,5
Penyegel	2,5
Bahan Perekat	1,0
Tinta	0,5

**Tabel 2.2:** Spesifikasi kimia kalsium karbonat terendapkan [20]

Sifat Kimia	
Warna	Putih cerah
Tingkat kecerahan	Min. 97%
%CaCO <sub>3</sub> oleh berat	Min. 98,5%
Timah sebagai Pb	Sedikit sekali
Tembaga sebagai Cu	Dapat diabaikan
Arsenik sebagai As	Nol
Sulfat sebagai SO <sub>4</sub>	Maks. 0,2%
Kelarutan alkali sebagai Na <sub>2</sub> O	Maks. 0,15%
Silika sebagai SiO <sub>2</sub>	Maks. 0,07%
Besi sebagai Fe	Maks. 0,01%
pH	9 – 10,5
Fosfat sebagai PO <sub>4</sub>	Maks. 0,05%
Klorida sebagai Cl	Sedikit sekali
Magnesium sebagai MgO	Maks. 0,7%
Fluorida sebagai F	Sedikit sekali
Mangan (Mn)	Maks. 0,005%
Kelarutan dalam 5N HCl	Larut
Alumunium, besi, fosfat, dan bahan lain tidak larut dalam HCl – IS 918/1985	Maks. 0,5%

Fase kalsium karbonat terendapkan yang paling stabil adalah kalsit. Kalsit banyak digunakan dalam industri cat, kertas, industri tekstil, deterjen, plastik, dan kosmetik. Sedangkan aragonit yang memiliki sifat metastabil banyak digunakan sebagai bahan pengisi kertas yang menjadikan sifat-sifatnya lebih baik seperti *high bulk*, kecerahan, tak tembus cahaya dan kuat. Sebagai bahan pengisi, aragonit lebih baik daripada kalsit dalam polivinil alkohol atau polipropilen komposit [29]. Vaterit, banyak digunakan sebagai katalis, teknologi separasi, dan *agrochemical* [30]. Partikel vaterit berongga merupakan partikel dari  $\text{CaCO}_3$  yang digunakan dalam aplikasi kelas tinggi yaitu sebagai bahan pengisi, granula, dan aditif dalam makanan maupun industri farmasi [31].

Kalsium karbonat terendapkan sebagai bahan pengisi penguat (*reinforcing white filler*) dapat diaplikasikan dalam industri pembuatan karet. Kalsium karbonat terendapkan sebagai bahan pengisi penguat sangat dipengaruhi oleh ukuran partikelnya agar bahan pengisi dapat terdistribusi dengan baik dan merata dalam kompon karet. Partikel bahan pengisi yang kasar (lebih dari 1 mikron) menurunkan sifat kekuatan barang karet [32].

## 2.7 Pengaruh Konsentrasi $\text{HNO}_3$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Pembentukan kalsium karbonat terendapkan dilakukan dengan mereaksikan  $\text{CaO}$  dan asam nitrat agar terbentuk garam kalsium yang mudah larut. Hasil perlakuan tersebut, disaring dan filtrat direaksikan dengan larutan natrium karbonat membentuk endapan kalsium karbonat. Larutan asam nitrat dapat meningkatkan kelarutan ion kalsium dalam  $\text{Ca(OH)}_2$  dan asam nitrat merupakan asam kuat yang dapat bereaksi keras dengan oksida logam seperti kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) membentuk garam yang mudah larut [7, 33]. Apabila  $\text{CaO}$  hanya dihidrasi menjadi  $\text{Ca(OH)}_2$  dan kemudian direaksikan dengan larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  maka kalsium karbonat pengendapan yang dihasilkan relatif rendah karena dibatasi oleh kelarutan  $\text{Ca(OH)}_2$  yang kecil ( $K_{sp} \text{ Ca(OH)}_2 7,9 \times 10^{-6}$ ) [34, 35]. Larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebagai sumber ion karbonat yang akan bereaksi dengan ion kalsium membentuk kalsium karbonat terendapkan, ditunjukkan pada Reaksi 2.1:



## 2.8 Pengaruh Lama Pengadukan

Lama pengadukan berpengaruh pada bentuk kristal yang terbentuk. Vaterit dapat berubah menjadi kalsit dengan mediasi pelarut [23] dan vaterit sensitif terhadap lama pengadukan dimana dengan lamanya waktu pengadukan maka vaterit dapat berubah menjadi kalsit [24].

Vaterit dapat membentuk kristal kalsit selama beberapa jam dan bentuk aragonit kalsit selama beberapa bulan pada suhu kamar [36]. Lebih tinggi suhu, maka mempercepat transformasi. Ketika kalsium karbonat terendapkan yang terbentuk dari larutan air yang sangat jenuh, aragonit yang didominasi terbentuk pada 70°C dan vaterit terbentuk pada 30°C [37].

Selama pembentukan kalsium karbonat terendapkan dalam air, mekanisme yang terlibat yaitu formasi dalam bentuk yang tidak stabil amorf kalsium karbonat yang dalam hitungan detik diubah menjadi struktur kristal. Berbagai inhibitor dapat mempengaruhi mekanisme pembentukan kristal seperti surfaktan atau kehadiran komposit dan kontaminan [38].

## 2.9 Karakterisasi XRF

Karakterisasi XRF merupakan salah satu metode analisis unsur dalam sampel secara kualitatif dan kuantitatif. Prinsip kerja metode analisis XRF berdasarkan terjadinya tumbukan atom-atom pada permukaan sampel oleh sinar-X dari sumber sinar-X [39]. Hasil analisis kualitatif ditunjukkan oleh puncak spektrum yang mewakili jenis unsur sesuai dengan energi sinar-X karakteristiknya. Sedangkan analisis kuantitatif diperoleh dengan cara membandingkan intensitas sampel dengan standar. Analisis menggunakan XRF bertujuan untuk mengetahui kadar unsur Ca dan Fe yang terkandung dalam sampel.

## 2.10 Karakterisasi XRD

XRD merupakan teknik analitik yang dapat digunakan untuk menguji kristal zat padat seperti keramik, logam, dan polimer. Materi tersebut dapat berupa serbuk, kristal tunggal, film tipis dengan banyak lapisan, lembaran, serat (*fiber*), ataupun materi dengan bentuk tak beraturan. Prinsip dasar yang dapat digunakan untuk menentukan sistem kristal adalah dengan menggunakan persamaan hukum Bragg [40]:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.10)$$

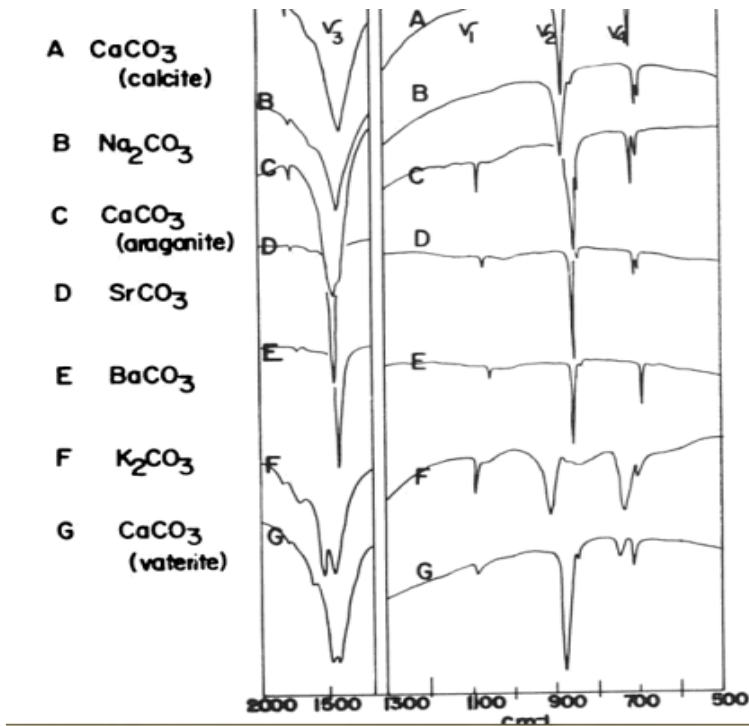
Karakterisasi XRD bertujuan untuk mengetahui kristanilitas sampel berdasarkan nilai  $2\theta$  dan berdasarkan perbandingan dengan data JCPDS untuk mengetahui tingkat kemiripan dengan senyawa standar. Berdasarkan penelitian sebelumnya, telah berhasil dilakukan karakterisasi sampel kalsium karbonat terendapkan menggunakan XRD. Karakteristik puncak  $2\theta$  dari kalsit sebesar  $29,4^\circ$ ;  $35,9^\circ$  dan  $39,5^\circ$  [30]. Sedangkan untuk bentuk kristal vaterit, diperoleh puncak  $2\theta$  sebesar  $24,92^\circ$ ;  $26,99^\circ$  dan  $32,78^\circ$  [41].

## 2.11 Karakterisasi FT-IR

Spektrofotometer IR digunakan untuk menyelidiki sifat vibrasi dari sampel. Vibrasi molekul menimbulkan pita penyerapan umumnya berada pada kisaran IR pertengahan (antara  $400$  dan  $4000 \text{ cm}^{-1}$ ). Radiasi IR diserap oleh molekul menyebabkan elektron-elektron yang berada dalam ikatan kovalen bervibrasi dasar akan berubah vibrasi ke keadaan eksitasi [42].

Berdasarkan penelitian sebelumnya, telah berhasil dilakukan karakterisasi sampel kalsium karbonat terendapkan menggunakan FT-IR. Dari spektra IR kalsium karbonat terendapkan, diperoleh serapan dengan puncak kuat pada bilangan gelombang  $1420$ ,  $874$  dan  $712 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan vibrasi dari bentuk kristal kalsit [43]. Sedangkan serapan dengan puncak kuat pada bilangan gelombang  $1070$  dan  $745 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan vibrasi dari bentuk kristal vaterit [44].

Standar IR dari masing-masing bentuk kristal tersaji pada Gambar 2.4 [45]:



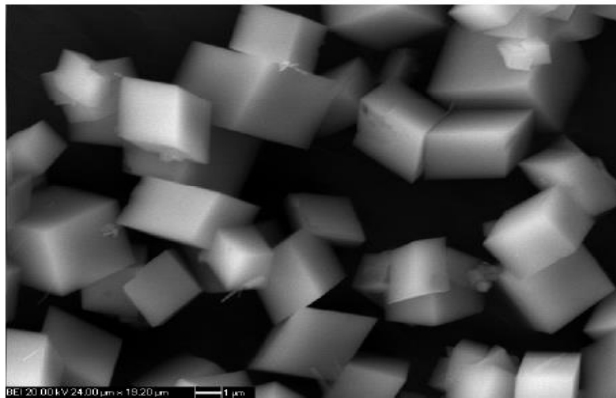
**Gambar 2.4:** Standar FT-IR  $\text{CaCO}_3$  diperoleh dari literatur [45]

## 2.12 Karakterisasi SEM-EDX

Karakterisasi dengan SEM-EDX bertujuan untuk mengamati morfologi dari suatu senyawa dan mengetahui komposisi penyusun senyawanya. Prinsip kerja SEM adalah *scanning* yang berarti bahwa berkas elektron “memindai” permukaan spesimen, titik demi titik dengan pindaian membentuk baris demi baris. Sinyal elektron sekunder yang dihasilkan adalah dari titik pada permukaan yang selanjutnya ditangkap oleh detektor SEM dan kemudian diolah serta ditampilkan pada layar. *Scanning coil* yang mengarahkan berkas elektron bersinkronisasi dengan pengarah berkas elektron pada tabung layar TV, sehingga didapatkan gambar permukaan spesimen pada layar [46]. Mikroskopnya juga menggambarkan sebuah *Energy*

*Dispersive X-Ray Spectrometer* (EDX) yang dapat digunakan untuk menentukan komposisi unsur dari sampel. Ketika sebuah sampel difoto oleh SEM, maka sinar elektron juga diemisikan oleh sinar-X yang dibawa oleh EDX. Emisi sinar-X tiap unsur khas dalam energi dan panjang gelombangnya sehingga EDX mampu menentukan tiap unsur yang merespon emisi tersebut [47].

Hasil penelitian sebelumnya, karakterisasi dengan SEM menunjukkan hasil bahwa kalsium karbonat terendapkan yang terbentuk adalah struktur kristal *rhombohedral*. Gambar hasil karakterisasi kalsium karbonat pengendapan dengan SEM tersaji pada Gambar 2.5.



**Gambar 2.5:** Mikrograf SEM dari kalsium karbonat terendapkan dengan Larutan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  diperoleh dari literatur [17]

## 2.13 Karakterisasi PSA

*Particle Size Analyzer* merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusinya dari senyawa berupa emulsi, suspensi, dan bubuk kering secara representatif. Distribusi ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan. Ukuran dinyatakan dalam jari-jari untuk partikel yang berbentuk bola. Penentuan ukuran dan distribusi partikel menggunakan PSA dapat dilakukan dengan difraksi sinar laser (partikel dari ukuran submikron sampai milimeter), *counter principle* (mengukur dan menghitung partikel yang berukuran mikron sampai milimeter) dan penghamburan sinar (mengukur partikel yang berukuran mikron sampai nanometer) [48].

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Waktu dan Tempat Penelitian**

Penelitian ini dilakukan selama 3 bulan mulai dari bulan Oktober 2015 sampai bulan Desember 2015. Tempat pelaksanaan penelitian sebagai berikut :

1. Laboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
2. Laboratorium Instrumentasi Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Brawijaya.
3. Laboratorium Biosains Universitas Brawijaya.

#### **3.2 Alat dan Bahan Penelitian**

Alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi palu, mortar, ayakan 150 mesh, peralatan gelas, cawan porselen, tanur *Barnstead Thermolyne*, spatula, neraca analitik, stirer, pemanas, corong, selang infus, indikator pH, desikator, kertas saring halus, oven *Fisher Scientific 655F*, XRF (*X-ray Fluorescence PANalytical* tipe Minipal 4, FT-IR Simadzu 8400, XRD (*X-Ray Diffraction*) *Xpert PRO PANalytical*, PSA (*Particle Size Analyser Cilas 1090 Liquid*, dan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray*) TM 3000 Hithaci.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi batu kapur alam dari Kabupaten Tuban,  $\text{HNO}_3$  65% *merck*, akuades, dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  *merck*.

#### **3.3 Tahapan Penelitian**

Tahapan-tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini meliputi :

1. Preparasi Sampel
2. Proses Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan
  - Variasi konsentrasi  $\text{HNO}_3$
  - Variasi konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$
  - Variasi lama pengadukan
3. Karakterisasi Batu Kapur Alam
  - Karakterisasi dengan XRF (*X-ray Fluorescence*) *PANalytical* tipe Minipal 4



- Karakterisasi dengan FT-IR Simadzu 8400
  - Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) *Xpert PRO PANalytical*
  - Karakterisasi dengan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray*) TM 3000 Hithaci
4. Karakterisasi Kalsium Oksida
    - Karakterisasi dengan FT-IR Simadzu 8400
    - Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) *Xpert PRO PANalytical*
  5. Karakterisasi Kalsium Karbonat Terendapkan
    - Karakterisasi dengan XRF (*X-ray Fluorescence*) *PANalytical* tipe Minipal 4
    - Karakterisasi dengan FT-IR Simadzu 8400
    - Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*) *Xpert PRO PANalytical*
    - Karakterisasi dengan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray*) TM 3000 Hithaci
    - Karakterisasi dengan PSA (*Particle Size Analyser*) *Cilas 1090 Liquid*

### **3.4 Prosedur Penelitian**

#### **3.4.1 Preparasi Sampel**

Batu kapur alam yang digunakan sebagai sampel, dihancurkan dan dihaluskan kemudian diayak dengan ayakan 150 mesh. Serbuk batu kapur yang telah diayak tersebut, dikarakterisasi menggunakan XRF, FT-IR, XRD dan SEM-EDX.

#### **3.4.2 Proses Sintesis Kalsium Karbonat Pengendapan**

Batu kapur yang telah dihaluskan dikalsinasi pada suhu 1000°C selama 30 menit. Sebanyak 5,6 gram hasil kalsinasi ditambahkan larutan HNO<sub>3</sub> dengan variasi konsentrasi 2, 4, 6 dan 8M sebanyak 20 mL dan akuades hingga volume 200 mL. Campuran diaduk selama 30 menit pada suhu 65°C dengan kecepatan 700 rpm dan disaring. Filtrat ditambahkan larutan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> sebanyak 150 mL dengan variasi konsentrasi 0,25; 0,5; 0,75 dan 1M dengan kecepatan alir 2,5 mL/menit. Reaksi dilakukan dalam waktu 60 menit dengan kecepatan pengadukan 400 rpm. Campuran tersebut kemudian

didiamkan selama  $\pm 15$  menit, disaring dan dikeringkan hingga berat konstan. Produk kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan dikarakterisasi dengan XRF, FT-IR, XRD, SEM-EDX dan PSA. Kalsium karbonat terendapkan dengan rendemen tertinggi, dilakukan variasi lama pengadukan 30 dan 90 menit dengan kecepatan pengadukan 400 rpm.

### **3.4.3 Karakterisasi Sampel**

#### **3.4.3.1 Karakterisasi dengan XRF (*X-ray Fluorescence*)**

Karakterisasi dengan XRF dilakukan di Laboratorium Sentral Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Negeri Malang. Sampel yang dikarakterisasi berupa padatan halus dengan berat 1 gram.

#### **3.4.3.2 Karakterisasi dengan FT-IR**

Karakterisasi dengan FT-IR dimulai dengan mengambil sampel 2 mg. Kemudian dihaluskan dan dicampur dengan KBr 1:6. Selanjutnya campuran dimasukkan ke dalam sampel holder dan di *press* agar terbentuk pelet dengan lapisan yang tipis. Pelet tersebut diletakkan pada tempat penyangga sampel *holder* yang terdapat pada alat instrumentasi FT-IR dan sampel siap dikarakterisasi untuk melihat gugus fungsionalnya. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan data FT-IR dari literatur dan standar FT-IR dari masing-masing bentuk kristal.

#### **3.4.3.3 Karakterisasi dengan XRD (*X-Ray Diffraction*)**

Karakterisasi dengan XRD dilakukan di Laboratorium Sentral Jurusan Teknik Material dan Metalurgin Fakultas Teknik Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Sampel yang dikarakterisasi berupa padatan halus dengan berat  $\pm 1$  gram. Hasil yang diperoleh kemudian dibandingkan dengan data JCPDS dan literatur.

#### **3.4.3.4 Karakterisasi dengan SEM-EDX (*Scanning Electron Microscope – Energy Dispersive X-Ray*)**

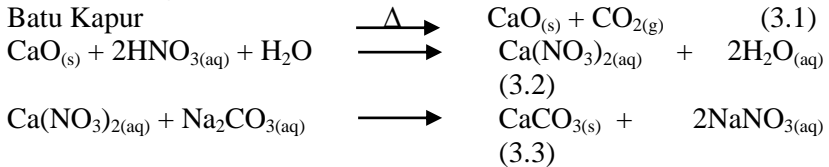
Karakterisasi dengan SEM-EDX dilakukan di Laboratorium Sentral Biosains Universitas Brawijaya. Sampel yang dikarakterisasi berupa padatan halus dengan berat  $\pm 1-2$  mg. Sampel lalu diletakkan pada sampel *holder* yang selanjutnya dimasukkan dalam *chamber*. Sampel

dianalisis dengan perbesaran 2500, 3000 dan 5000 kali. Gambar yang diperoleh dari SEM kemudian dianalisis dengan EDX untuk mengetahui kandungan dari senyawa yang dianalisis.

### 3.4.3.5 Karakterisasi dengan PSA (*Particle Size Analyser*)

Karakterisasi PSA dilakukan untuk mengetahui ukuran partikel kalsium karbonat terendapkan dengan metode menembakkan sinar IR ke sampel sehingga sampel akan bereaksi menghasilkan gerak Brown. Gerak Brown inilah yang kemudian dianalisis oleh alat, semakin kecil ukuran molekul maka akan semakin cepat gerakannya.

### 3.5 Perhitungan Rendemen



$$1 \text{ mol CaO}_{(s)} \sim 1 \text{ mol CaCO}_{3(s)}$$

$$\begin{aligned} n \text{ CaO}_{(s)} &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ &= \frac{5,6 \text{ gram}}{56 \text{ g/mol}} \\ &= 0,1 \text{ mol} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} n &= \frac{\text{massa}}{Mr} \\ 0,1 \text{ mol} &= \frac{\text{massa}}{100 \text{ g/mol}} \end{aligned}$$

$$10 \text{ g} = \text{massa}$$

Sehingga, perhitungan rendemen tersaji pada persamaan 3.4:

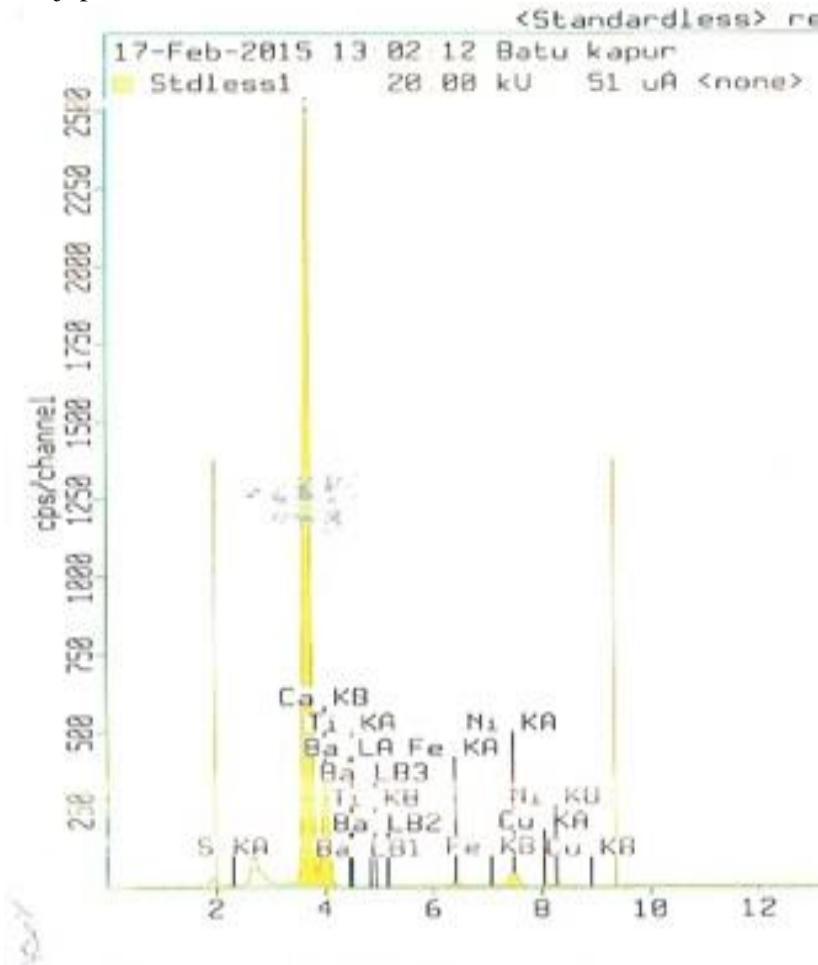
$$\frac{\text{massa endapan}}{\text{massa teoritis}} \times 100\% \quad (3.4)$$

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Preparasi Sampel

Preparasi sampel dilakukan untuk menghasilkan serbuk halus berukuran 150 mesh. Karakterisasi menggunakan XRF dilakukan untuk mengetahui kadar Ca dan Fe yang terkandung dalam sampel batu kapur. Spektrum XRF dari sampel batu alam kapur tersaji pada Gambar 4.1.



**Gambar 4.1:** Spektrum XRF batu kapur alam

Berdasarkan Gambar 4.1 diketahui bahwa di dalam batu kapur alam memiliki kadar unsur yang tertera pada Tabel 4.1.

**Tabel 4.1:** Kadar unsur sampel batu kapur alam dengan karakterisasi XRF

<b>Batu Kapur</b>	
<b>Komponen</b>	<b>Kadar (%)</b>
<b>Ca</b>	<b>97,55</b>
<b>Fe</b>	<b>0,47</b>
Cu	0,14

Batu kapur dijadikan bahan baku sintesis kalsium karbonat terendapkan karena kadar kalsiumnya yang sangat tinggi (terlihat pada Tabel 4.1). Batu kapur yang telah dihaluskan, dikalsinasi dalam tanur pada suhu 1000 °C selama 30 menit. Proses kalsinasi dilakukan pada temperatur tinggi akan tetapi masih di bawah titik lelehnya tanpa disertai penambahan reagen agar terjadi dekomposisi termal dari senyawa yang berikatan secara kimia dengan bijih yaitu karbon dioksida dan air, yang bertujuan mengubah suatu senyawa karbon menjadi senyawa oksida yang sesuai dengan keperluan pada proses selanjutnya [49]. Persen massa yang hilang dari batu kapur yang telah dikalsinasi sebesar 24,4%. Reaksi dekomposisi termal batu kapur terdapat pada Persamaan 4.1.



Kalsium oksida yang dihasilkan melalui proses kalsinasi, berupa serbuk berwarna putih yang tersaji pada Gambar 4.2.



**Gambar 4.2:** Kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) hasil kalsinasi

## 4.2 Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan

### 4.2.1 Pengaruh Konsentrasi $\text{HNO}_3$ dan $\text{Na}_2\text{CO}_3$

Sintesis kalsium karbonat terendapkan dengan variasi konsentrasi asam nitrat dan natrium karbonat menghasilkan massa kalsium karbonat yang terdapat pada Tabel 4.2.

**Tabel 4.2:** Massa kalsium karbonat terendapkan (a) data pertama, (b) data kedua, dan (c) rata-rata massa

$[\text{HNO}_3]$ (M)	$[\text{Na}_2\text{CO}_3]$ (M)			
	0,25	0,5	0,75	1
2	3,71	2,32	2,42	2,21
4	2,33	4,49	4,37	4,34
6	3,54	6,32	6,10	<b>6,41</b>
8	1,77	4,92	7,11	7,46

(a)

$[\text{HNO}_3]$ (M)	$[\text{Na}_2\text{CO}_3]$ (M)			
	0,25	0,5	0,75	1
2	2,27	2,23	2,32	2,43
4	4,09	4,40	4,45	4,54
6	3,61	6,17	6,27	<b>6,35</b>

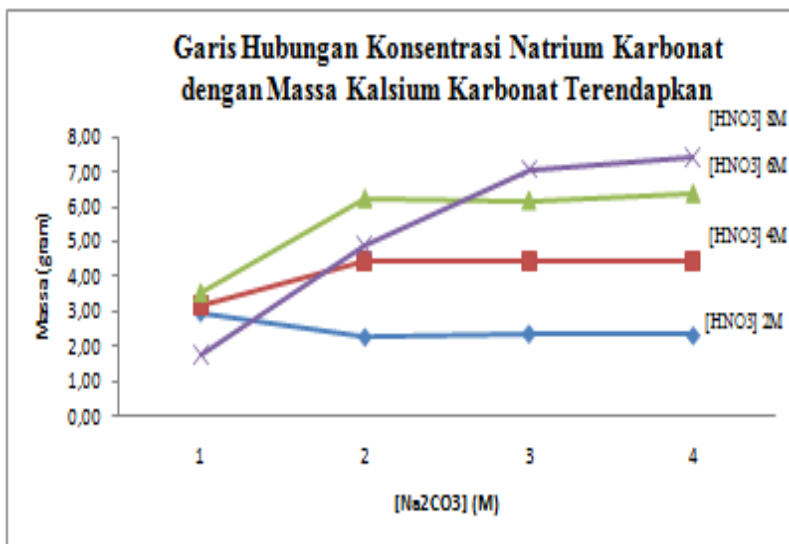
(b)

$[\text{HNO}_3]$ (M)	$[\text{Na}_2\text{CO}_3]$ (M)			
	0,25	0,5	0,75	1

2	2,99	2,28	2,37	2,32
4	3,21	4,45	4,41	4,44
6	3,58	6,25	6,19	6,38
8	1,77	4,92	7,11	7,46

(c)

Berdasarkan Tabel 4.2 diketahui bahwa massa kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan semakin meningkat dengan konsentrasi asam nitrat juga meningkat. Peningkatan massa ditunjukkan pada Gambar 4.3.



**Gambar 4.3:** Grafik hubungan [Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>] dengan massa kalsium karbonat terendapkan

Gambar 4.3 menunjukkan garis hubungan [Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>] dengan massa kalsium karbonat terendapkan. Berdasarkan Gambar 4.3 persen rendemen tertinggi yang diperoleh dari metode soda api sebesar 63,8%. Persen rendemen tertinggi diperoleh dari penambahan HNO<sub>3</sub> 6M dan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1M. Semakin tinggi konsentrasi HNO<sub>3</sub> dan konsentrasi Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> maka semakin tinggi pula rendemen yang diperoleh. Hasil yang diperoleh telah sesuai dengan literatur bahwa HNO<sub>3</sub> dapat meningkatkan kelarutan ion kalsium dan

merupakan asam kuat yang dapat bereaksi keras dengan oksida logam seperti kalsium oksida membentuk garam yang mudah larut [7, 33]. Berdasarkan penelitian sebelumnya mengatakan bahwa semakin besar konsentrasi  $\text{HNO}_3$  maka rendemen kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan semakin besar karena semakin banyak  $\text{Ca}^{2+}$  terlarut sehingga makin banyak yang bereaksi dengan  $\text{CO}_3^{2-}$ . Begitu pula dengan semakin besarnya konsentrasi  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  semakin besar rendemen kalsium karbonat pengendapan karena semakin banyak  $\text{CO}_3^{2-}$  terlarut yang akan membentuk kalsium karbonat terendapkan [19].

Kalsium karbonat terendapkan pada penambahan  $\text{HNO}_3$  8M, endapan yang diperoleh berwarna kekuningan. Hal ini disebabkan kandungan batu kapur pada Tabel 4.1 terdapat besi dimana kelarutan besi semakin meningkat apabila konsentrasi asam meningkat. Sehingga, pada penelitian ini dilakukan uji kelarutan dalam air untuk sampel kalsium karbonat terendapkan berwarna kuning. Setelah dilarutkan dalam air, warna kuning yang terdapat pada endapan tidak ikut larut karena besi yang terdapat dalam endapan merupakan besi dalam bentuk hidroksida. Besi sebagai senyawa *siderite* ( $\text{FeCO}_3$ ) bersifat larut dalam air. Besi yang terendapkan dalam kalsium karbonat terendapkan, merupakan besi dalam senyawa  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  yang mengendap pada pH sintesis kalsium karbonat yaitu pH 11 [50].

#### 4.2.2 Pengaruh Lama Pengadukan

Sintesis kalsium karbonat terendapkan dengan variasi lama pengadukan menghasilkan massa kalsium karbonat yang terdapat pada Tabel 4.3.

**Tabel 4.3:** Massa kalsium karbonat terendapkan variasi lama pengadukan

[ $\text{HNO}_3$ ] 6M; [ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ] 1M		
Lama Pengadukan (menit)	Massa I (g)	Massa II (g)
30	6,49	6,35
90	6,29	6,38

Berdasarkan Tabel 4.3 lama pengadukan tidak berpengaruh terhadap massa endapan yang dihasilkan. Lama reaksi berpengaruh terhadap bentuk kristalnya [24, 36].

#### 4.2.3 Kalsium Karbonat Terendapkan Hasil Sintesis



Kalsium karbonat terendapkan yang dihasilkan pada penelitian ini berupa padatan halus berwarna putih, ditunjukkan pada Gambar 4.4.



**Gambar 4.4:** Kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis

Reaksi pembentukan kalsium karbonat terendapkan terdapat pada persamaan Reaksi 4.2 – 4.3.

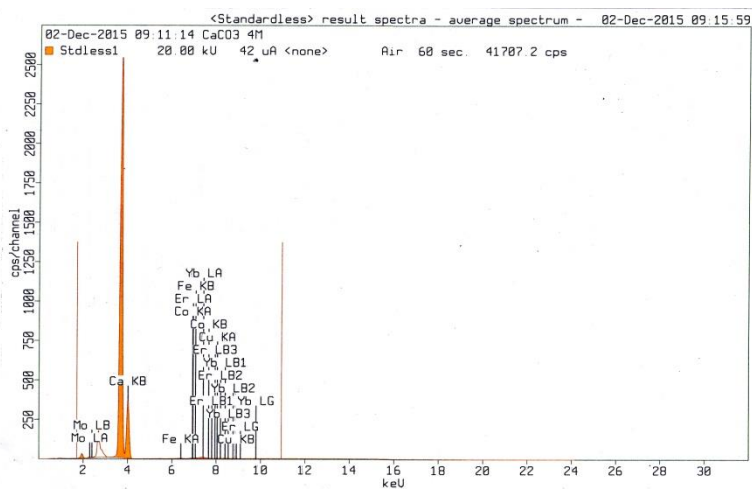


Pembentukan kalsium karbonat terendapkan pada penelitian ini, diawali dengan munculnya partikel-partikel berukuran kecil yang selanjutnya bertransformasi membentuk endapan kristal berwarna putih di bagian bawah larutan. Pembentukan partikel  $\text{CaCO}_3$  dalam larutan diawali dengan peristiwa nukleasi (partikel yang sangat kecil) yang kemudian tumbuh membentuk  $\text{CaCO}_3$  amorf berukuran lebih besar.  $\text{CaCO}_3$  amorf yang telah terbentuk selanjutnya bertransformasi (rekristalisasi) membentuk kristal [51].

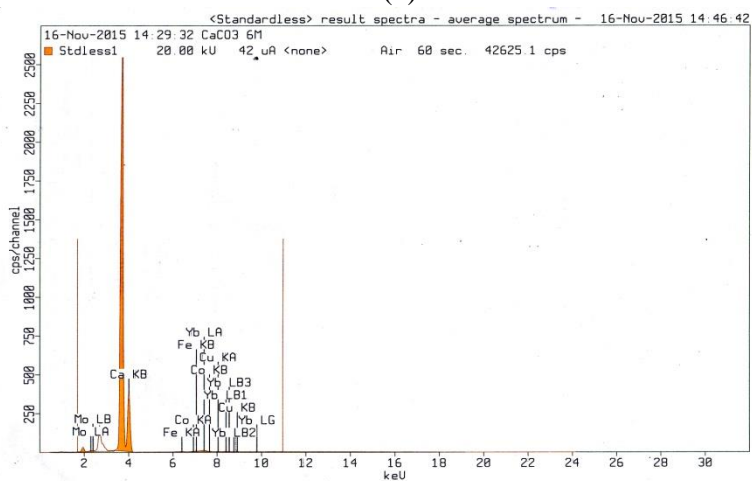
## 4.3 Karakterisasi

### 4.3.1 Karakterisasi $\text{CaCO}_3$ Terendapkan dengan XRF

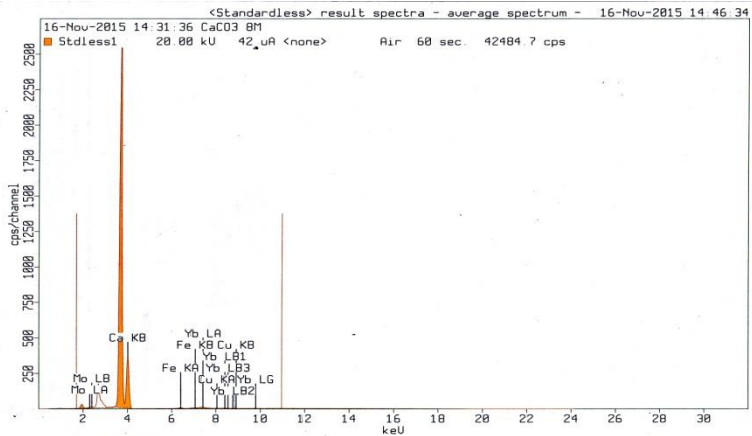
Karakterisasi XRF digunakan untuk mengetahui kadar unsur Ca dan Fe yang terkandung dalam kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis. Kadar unsur masing-masing sampel tersaji pada Gambar 4.5 dan Tabel 4.4.



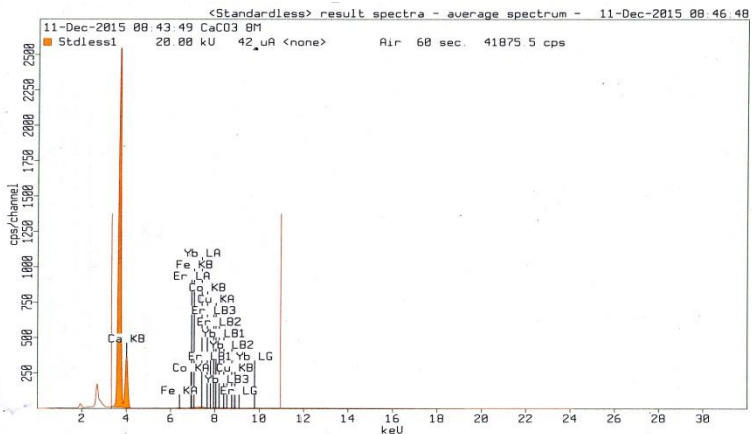
(1)



(2)



(3)



(4)

Keterangan Gambar:

- (1) [HNO<sub>3</sub>] 4M
- (2) [HNO<sub>3</sub>] 6M
- (3) [HNO<sub>3</sub>] 8M tanpa pemurnian
- (4) [HNO<sub>3</sub>] 8M pemurnian

**Gambar 4.5:** Spektrum XRF CaCO<sub>3</sub> terendapkan

**Tabel 4.4:** Kadar unsur kalsium karbonat terendapkan pada variasi  $[\text{HNO}_3]$  dengan karakterisasi XRF

Komponen	Kadar (%)			
	$[\text{HNO}_3]$ 4M	$[\text{HNO}_3]$ 6M	$[\text{HNO}_3]$ 8M	$[\text{HNO}_3]$ 8M
			Tanpa Pemurnian	Pemurnian
Ca	98,70	98,83	98,84	98,97
Fe	0,09	0,09	0,21	0,09
Cu	0,05	0,06	0,05	0,05

Berdasarkan Tabel 4.4 kemurnian kalsium karbonat terendapkan ditunjukkan apabila kadar kalsium dari sampel hasil sintesis dibandingkan dengan bahan baku batu kapur lebih tinggi sampel hasil sintesis. Kadar besi dari sampel hasil sintesis dibandingkan dengan bahan baku batu kapur lebih rendah sampel hasil sintesis. Hasil analisis XRF bahan baku batu kapur ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Kadar kalsium dari sampel hasil sintesis lebih tinggi dibandingkan dengan bahan baku batu kapur. Kadar besi dari sampel hasil sintesis lebih rendah dibandingkan dengan bahan baku batu kapur. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa variasi asam yang digunakan pada penelitian ini berpengaruh terhadap kadar kalsium dan besi yang terlarut. Variasi asam pada penelitian ini, merupakan langkah yang digunakan untuk pemurnian, dimana diharapkan ion kalsium yang terlarut sebanyak-banyaknya dan ion besi yang terlarut sedikit-dikitnya. Berdasarkan Tabel 4.4, menunjukkan bahwa kadar unsur kalsium dan besi meningkat dengan semakin tingginya konsentrasi asam yang digunakan. Hal ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi asam yang digunakan maka semakin tinggi pula kelarutan kalsium dan besinya.

Hasil terbaik yang diperoleh pada penelitian ini adalah pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  6M karena pada kondisi tersebut dihasilkan kalsium karbonat terendapkan dengan rendemen tertinggi dan warna sesuai dengan standar yaitu padatan halus berwarna putih. Sedangkan untuk sampel kalsium karbonat terendapkan pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  8M, endapan yang dihasilkan berwarna

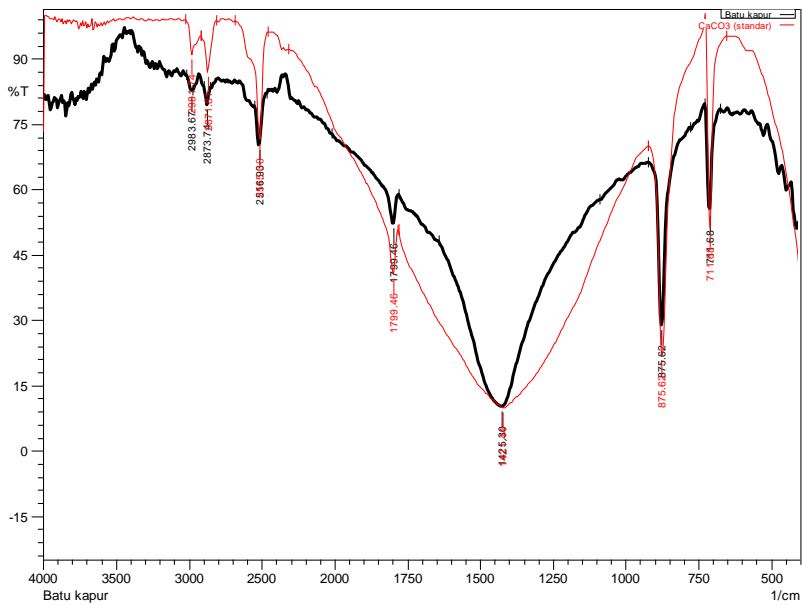
kekuningan karena kadar besi masih cukup tinggi sebesar 0,21%. Oleh karena itu, pada sampel kalsium karbonat terendapkan dengan penambahan  $\text{HNO}_3$  8M dilakukan pemurnian kembali untuk mengurangi kadar besi yang terlarut.

Kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis pada konsentrasi  $\text{HNO}_3$  8M, dilakukan pemurnian dengan menambahkan  $\text{NH}_3$  setelah pelarutan oleh asam hingga terbentuk endapan yang dapat disaring sehingga diperoleh filtrat bening. Penambahan basa kuat  $\text{NH}_3$  berfungsi untuk mengendapkan besi yang ikut terlarut pada asam. Kadar besi yang terlarut sebelum dan sesudah pemurnian dapat dilihat pada Tabel 4.4. Pada Tabel 4.4 menunjukkan bahwa kadar besi yang terlarut sesudah dilakukan pemurnian lebih kecil dibandingkan sebelum pemurnian. Hal ini disebabkan karena penambahan  $\text{NH}_3$  hingga terbentuk endapan berwarna kekuningan pada pH 11 menandakan bahwa besi telah mengendap sebagai  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  [50]. Karakteristik warna endapan yang didapatkan setelah penambahan  $\text{NH}_3$  telah memenuhi standar yaitu berwarna putih.

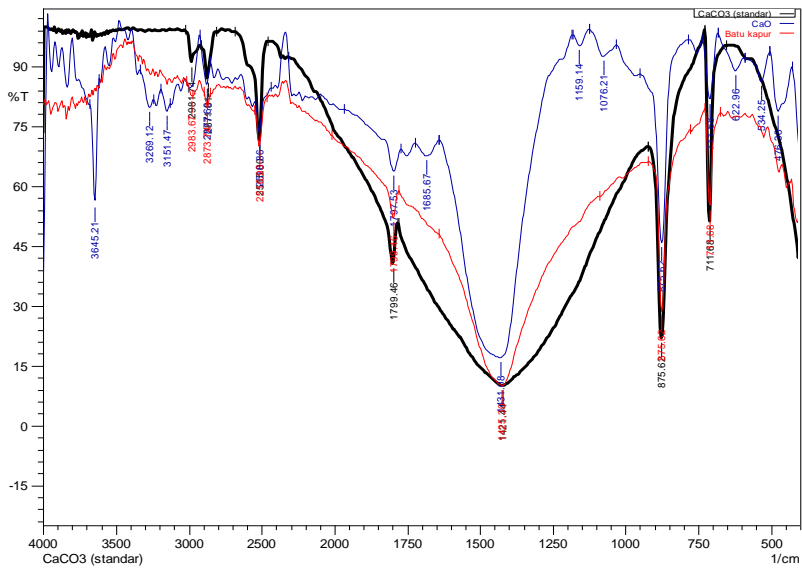
Kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis pada setiap variasi konsentrasi asam menunjukkan bahwa kadar kalsium yang terdapat pada sampel telah sesuai dengan standar spesifikasi kimia produk untuk dapat diaplikasikan. Kadar minimal kalsium sebesar 98,5% sedangkan untuk kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis memiliki kadar kalsium sebesar 98,70%, 98,83%, 98,84%, dan 98,97%. Namun kadar besi dalam sampel hasil sintesis belum memenuhi standar. Kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis menunjukkan bahwa pada konsentrasi asam 4, 6, dan 8M setelah pemurnian memiliki kadar besi sebesar 0,09% serta pada 8M sebelum pemurnian sebesar 0,21%. Kadar besi yang sesuai standar spesifikasi kimia kalsium karbonat terendapkan maksimal 0,01% [20].

#### **4.3.2 Karakterisasi Batu Kapur, $\text{CaO}$ dan $\text{CaCO}_3$ dengan FT-IR**

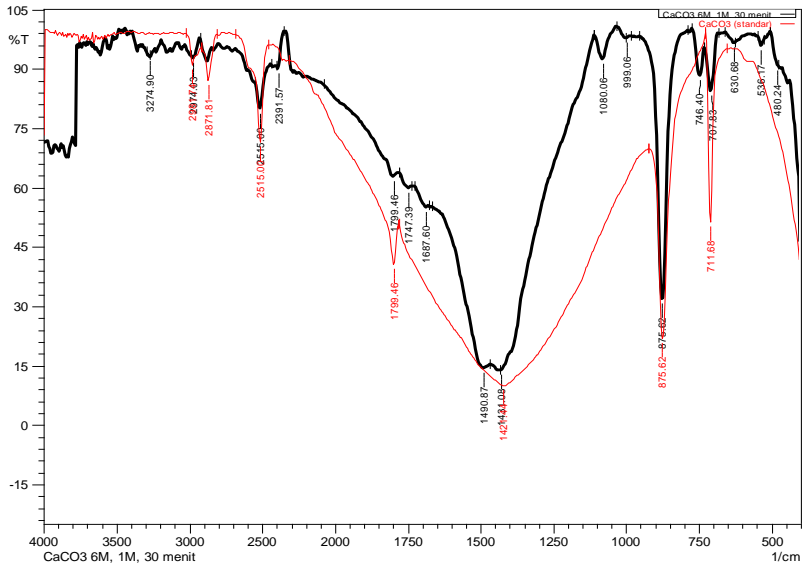
Karakterisasi FT-IR digunakan untuk menganalisis vibrasi karbonat yang terdapat pada batu kapur, kalsium oksida dan kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis agar dapat diketahui polimorfnya. Spektra FT-IR yang diperoleh, dibandingkan dengan FT-IR standar dari ketiga polimorfi kalsium karbonat yang terlampir pada Lampiran C. Spektra FT-IR tiap sampel tersaji pada Gambar 4.6 a-f.



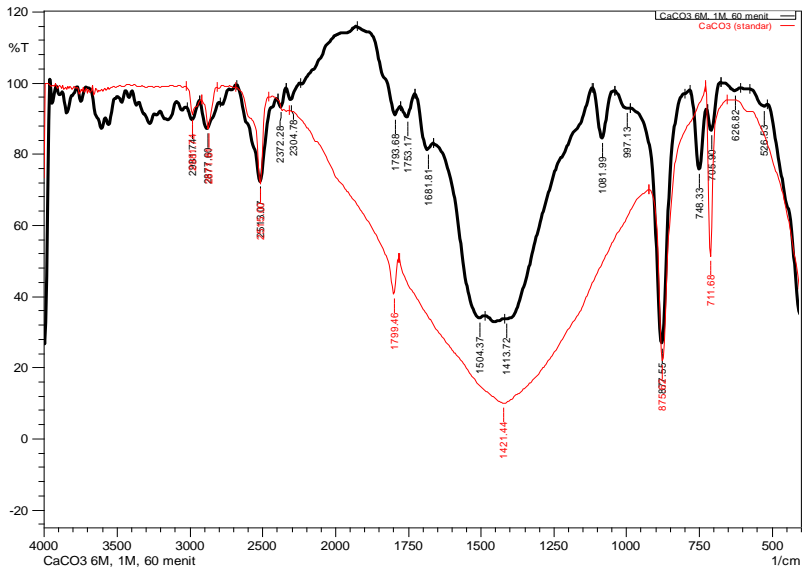
**Gambar 4.6a:** Spektra FT-IR batu kapur dan CaCO<sub>3</sub> murni



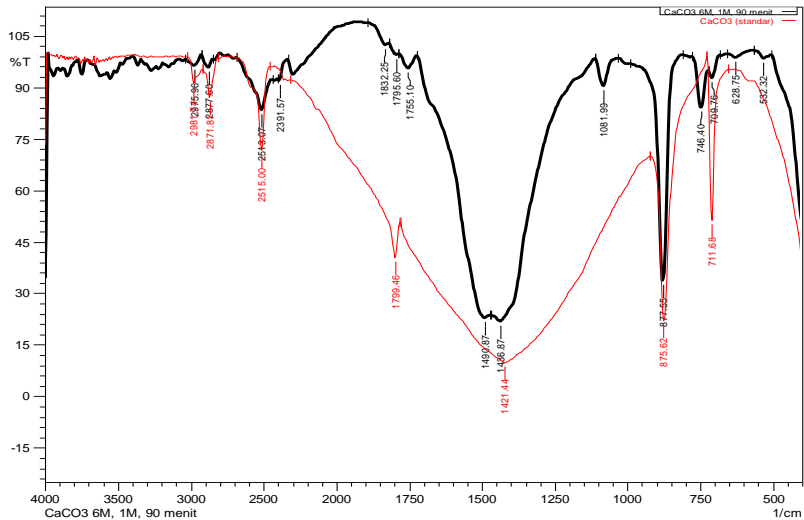
**Gambar 4.6b:** Spektra FT-IR batu kapur, CaCO<sub>3</sub> murni, dan CaO



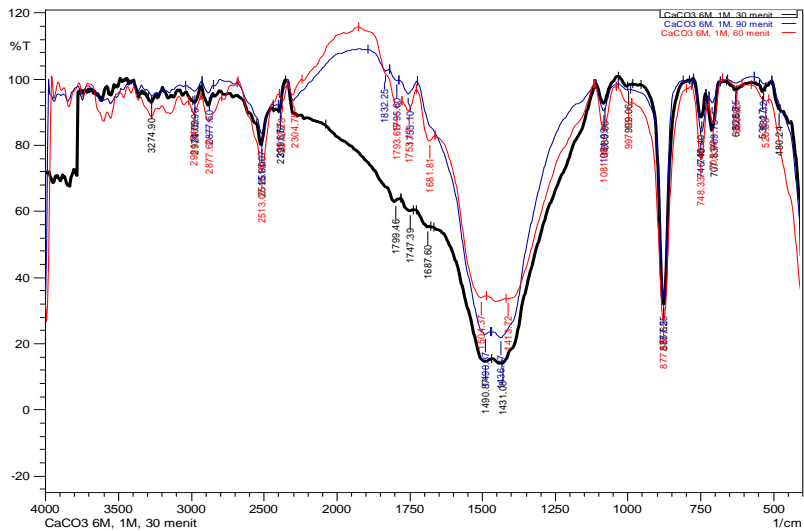
**Gambar 4.6c:** Spektra FT-IR  $\text{CaCO}_3$  murni dan  $\text{CaCO}_3$  lama pengadukan 30 menit



**Gambar 4.6d:** Spektra FT-IR  $\text{CaCO}_3$  murni dan  $\text{CaCO}_3$  lama pengadukan 60 menit



**Gambar 4.6e:** Spektra FT-IR CaCO<sub>3</sub> murni dan CaCO<sub>3</sub> lama pengadukan 90 menit



**Gambar 4.6f:** Spektra FT-IR CaCO<sub>3</sub> lama pengadukan 30, 60, dan 90 menit

**Gambar 4.6:** Spektra FT-IR



Berdasarkan spektra FT-IR  $\text{CaCO}_3$  murni dengan batu kapur, terlihat bahwa keduanya memiliki polimorfi yang sama yaitu kalsit yang ditandai dengan munculnya vibrasi karbonat pada bilangan gelombang 875,62; 1425,30 dan 711,68  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil yang diperoleh sesuai dengan literatur [43] dan spektra IR standar yang menunjukkan polimorfi kalsit [45].

Berdasarkan spektra FT-IR  $\text{CaCO}_3$  murni, batu kapur dan  $\text{CaO}$ , terlihat bahwa pada spektra  $\text{CaO}$  muncul vibrasi kuat yang sangat berbeda pada bilangan gelombang 3645,21  $\text{cm}^{-1}$ . Vibrasi tersebut merupakan pita dari gugus OH. Gugus OH dengan vibrasi yang tajam merupakan karakteristik dari  $\text{CaO}$  [52]. Adanya gugus OH dari  $\text{Ca(OH)}_2$  dengan karakteristik vibrasi tajam di daerah 3645,21  $\text{cm}^{-1}$  karena berasal dari molekul air yang teradsorb pada permukaan  $\text{CaO}$ , dimana  $\text{CaO}$  memiliki sifat higroskopis sehingga sangat mudah menyerap uap air dari udara [53].

Berdasarkan spektra FT-IR  $\text{CaCO}_3$  murni dengan  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis dengan lama pengadukan 30 menit, terlihat bahwa kedua sampel tersebut memiliki polimorfi yang berbeda. Polimorfi dari  $\text{CaCO}_3$  murni adalah kalsit sedangkan polimorfi  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis dengan lama pengadukan 30 menit adalah vaterit. Spektra FT-IR yang didapat sesuai dengan spektra FT-IR standar yang menunjukkan bahwa  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis memiliki polimorfi vaterit [45]. Polimorfi vaterit ditandai dengan munculnya vibrasi karbonat pada bilangan gelombang 1080,06; 875,62; 1490,87 dan 1431,08  $\text{cm}^{-1}$  serta vibrasi kembar pada bilangan gelombang 746,40 dan 707,83  $\text{cm}^{-1}$ . Hasil yang diperoleh juga sesuai dengan literatur [44].

Spektra FT-IR pada  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis lama pengadukan 60 dan 90 menit menunjukkan spektra FT-IR yang sama dengan  $\text{CaCO}_3$  dengan lama pengadukan 30 menit yaitu polimorfi vaterit sesuai dengan standar [45]. Vibrasi karbonat muncul pada bilangan gelombang 1081,99; 877,55; 1504,37; 1413,72; 748,33 dan 705,90  $\text{cm}^{-1}$  untuk lama pengadukan 60 menit sedangkan 1081,99; 877,55; 1490,87; 1436,87; 746,40 dan 709,76  $\text{cm}^{-1}$  untuk lama pengadukan 90 menit.

Ketiga spektra FT-IR  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis menunjukkan bahwa ketiganya memiliki polimorfi yang sama yaitu vaterit. Akan tetapi, ketiganya juga memiliki vibrasi karbonat yang menunjukkan adanya polimorfi kalsit yaitu pada bilangan gelombang 877  $\text{cm}^{-1}$  [54,

55, 56]. Vibrasi karbonat untuk polimorfi aragonit juga muncul pada ketiga spektra yaitu pada bilangan gelombang 1081; 707; 709 dan  $705\text{ cm}^{-1}$  [57, 58, 59, 60, 56]. Sehingga dapat disimpulkan bahwa ketiganya memiliki polimorfi campuran aragonit-vaterit-kalsit dimana vaterit lebih dominan ditunjukkan pada Tabel 4.5.

**Tabel 4.5:** Vibrasi karbonat pada sampel kalsium karbonat terendapkan (a) 30 menit, (b) 60 menit, dan (c) 90 menit

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			
v1	v2	v3	v4
1080,06	875,62	1490,87	746,4
		1431,08	707,83
Aragonit dan Vaterit			
Aragonit, Kalsit, Vaterit			
Vaterit			
Aragonit			

(a)

Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			
v1	v2	v3	v4
1081,99	877,55	1504,37	748,33
		1413,72	705,9
Aragonit			
Vaterit dan Kalsit			
Vaterit			

(b)

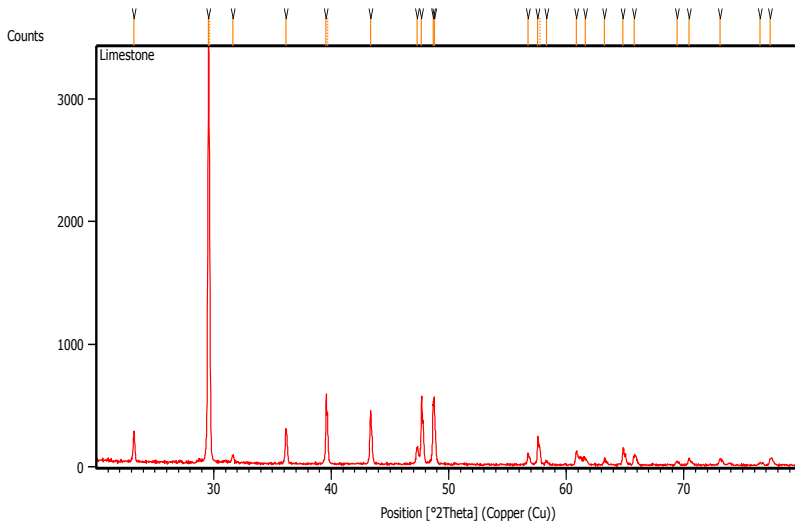
Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )			
v1	v2	v3	v4
1081,99	877,55	1490,87	746,4
		1436,87	709,76
Aragonit			
Vaterit dan Kalsit			
Aragonit dan Vaterit			
Vaterit			

(c)

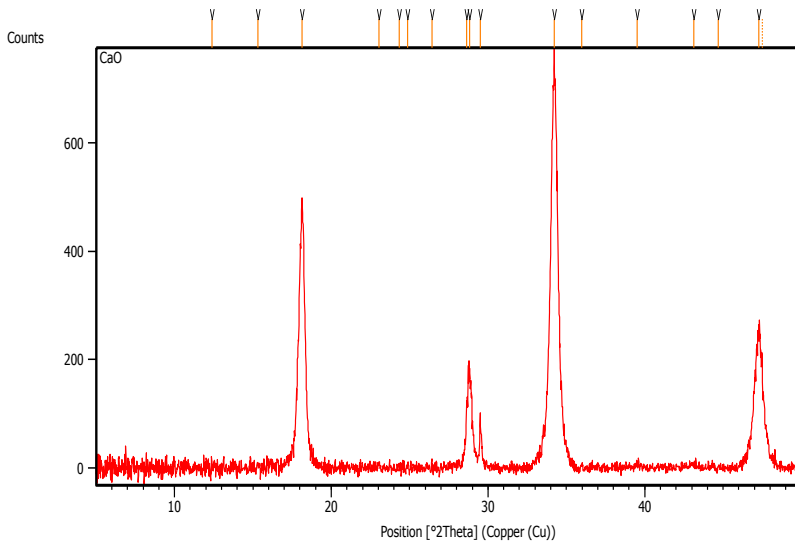
Kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis menunjukkan polimorfi yang berbeda dengan bahan baku batu kapur dan  $\text{CaCO}_3$  murni. Lama pengadukan menyebabkan komposisi campuran polimorfi yang terbentuk berbeda. Pada hasil sintesis menunjukkan bahwa semakin lama pengadukan, polimorfi vaterit yang lebih dominan terbentuk. Hal ini disebabkan oleh beberapa faktor yang mempengaruhi proses sintesisnya. Faktor-faktor yang mempengaruhi meliputi temperatur, konsentrasi reaktan, lama pengadukan, laju penambahan reaktan, penambahan zat adiktif, dan lain sebagainya. Vaterit sensitif terhadap lama pengadukan dimana dengan lamanya waktu pengadukan maka vaterit dapat berubah menjadi kalsit [24]. Vaterit yang membentuk kristal kalsit selama beberapa jam dan bentuk aragonit menjadi kalsit selama beberapa bulan pada suhu kamar. Lebih tinggi suhu, maka mempercepat transformasi [36]. Temperatur merupakan salah satu faktor yang signifikan mempengaruhi polimorfi yang terbentuk. Pada penelitian ini, temperatur yang digunakan adalah temperatur ruang dimana polimorfi yang stabil pada temperatur ruang adalah kalsit. Namun, hasil sintesis menunjukkan bahwa terbentuk polimorfi campuran vaterit-kalsit. Hal ini dapat terjadi karena, temperatur pada rentang  $10^\circ\text{C} - 40^\circ\text{C}$ , fase yang terbentuk berupa kalsit dan vaterit. Rentang temperatur  $60^\circ\text{C} - 80^\circ\text{C}$  dihasilkan aragonit dan kalsit. Sementara ketiga fase kristal muncul diantara kedua rentang ini. Jadi, fase vaterit hanya terbentuk pada rentang temperatur tertentu dan mencapai fraksi optimum pada temperatur  $35^\circ\text{C}$  [22].

#### **4.3.3 Karakterisasi Batu Kapur, $\text{CaO}$ dan $\text{CaCO}_3$ dengan XRD**

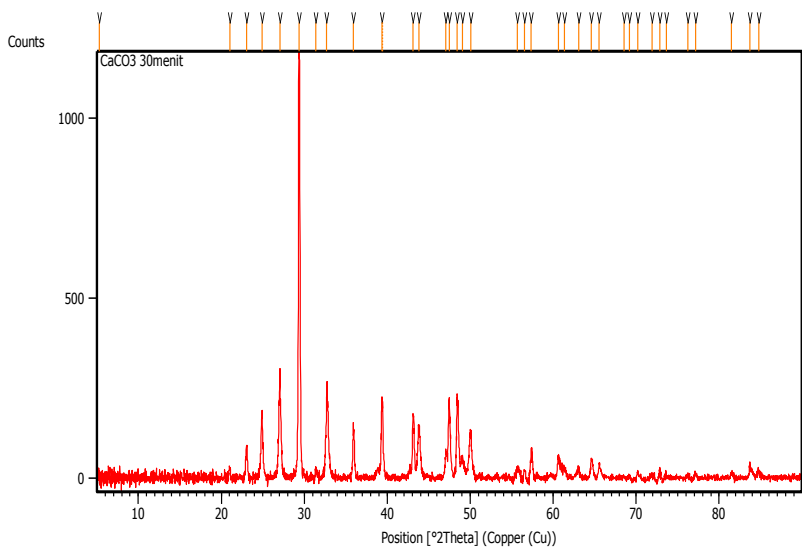
Karakterisasi XRD dilakukan bertujuan untuk mengetahui kristalinitas sampel berdasarkan nilai  $2\theta$ . Nilai  $2\theta$  yang didapatkan, dibandingkan dengan data JCPDS untuk mengetahui tingkat kemiripan dengan senyawa standar dan dibandingkan dengan literatur yang ada. Difraktogram tiap sampel tersaji pada Gambar 4.7 a-e.



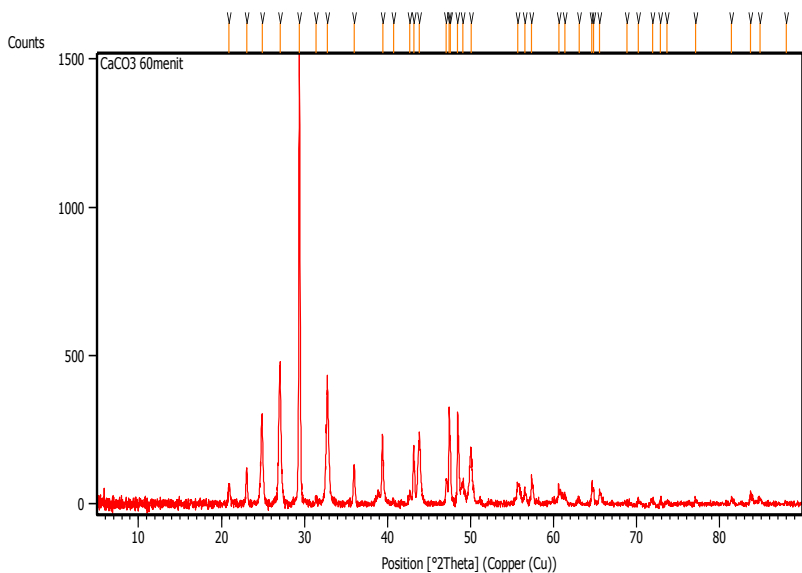
**Gambar 4.7a: Difraktogram batu kapur**



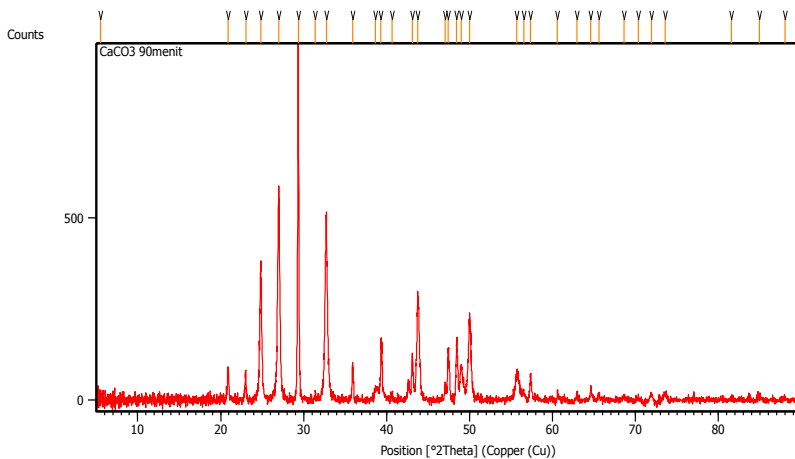
**Gambar 4.7b: Difraktogram CaO**



**Gambar 4.7c:** Difraktogram CaCO<sub>3</sub> lama pengadukan 30 menit



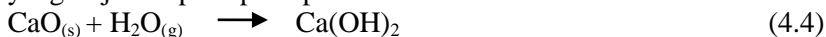
**Gambar 4.7d:** Difraktogram CaCO<sub>3</sub> lama pengadukan 60 menit



**Gambar 4.7e:** Difraktogram  $\text{CaCO}_3$  lama pengadukan 90 menit  
**Gambar 4.7:** Difraktogram XRD

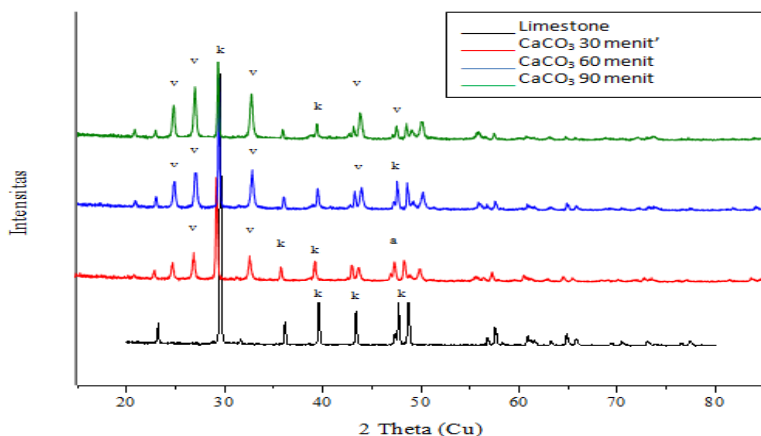
Berdasarkan difraktogram batu kapur alam, diperoleh fasa kristalin dengan puncak  $2\theta$   $29,5^\circ$ ;  $39,5^\circ$ ;  $43,3^\circ$ ;  $47,6^\circ$  dan  $48,7^\circ$ . Puncak  $2\theta$  tersebut menunjukkan polimorfi kristal kalsit yang sesuai dengan JCPDS 00-005-0586 serta literatur [61, 62].

Difraktogram  $\text{CaO}$  memiliki puncak  $2\theta$   $34,23^\circ$  yang merupakan fasa  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  [63], serta sesuai dengan JCPDS 00-044-1481. Hal ini disebabkan karena  $\text{CaO}$  memiliki sifat higroskopis sehingga sangat mudah menyerap uap air dari udara [53]. Reaksi yang terjadi seperti pada persamaan reaksi 4.4.



Berdasarkan difraktogram kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis, ketiganya memiliki struktur kristalin dengan polimorfi yang sama yaitu dominan kalsit-vaterit. Difraktogram kalsium karbonat terendapkan pada lama pengadukan 30 menit memiliki puncak  $2\theta$   $29,3^\circ$ ;  $47,5^\circ$ ;  $39,4^\circ$  dan  $39,3^\circ$  yang menunjukkan polimorfi kalsit,  $27,1^\circ$  dan  $32,7^\circ$  polimorfi vaterit serta puncak  $48,4^\circ$  polimorfi aragonit. Difraktogram kalsium karbonat terendapkan pada lama pengadukan 60 menit, menunjukkan munculnya puncak  $2\theta$  sama seperti pada lama pengadukan 30 menit yaitu muncul puncak dari ketiga polimorfi. Akan tetapi pada lama pengadukan 60 menit, polimorfi yang paling dominan adalah vaterit. Puncak  $2\theta$  yang

muncul  $27,1^{\circ}$ ;  $32,8^{\circ}$ ;  $24,9^{\circ}$  dan  $43,8^{\circ}$  polimorfi vaterit,  $29,4^{\circ}$  dan  $47,4^{\circ}$  polimorfi kalsit serta  $48,4^{\circ}$  polimorfi aragonit. Pada lama pengadukan 90 menit, kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis menunjukkan bahwa puncak  $2\theta$  aragonit sudah tidak lagi muncul. Polimorfi yang muncul pada lama pengadukan 90 menit yaitu vaterit-kalsit dimana polimorfi vaterit lebih dominan. Puncak  $2\theta$  yang muncul yaitu  $27,1^{\circ}$ ;  $32,7^{\circ}$ ;  $24,9^{\circ}$ ;  $43,7^{\circ}$  dan  $49,9^{\circ}$  yang menunjukkan polimorfi vaterit serta puncak  $2\theta$   $29,3^{\circ}$  dan  $39,3^{\circ}$  yang menunjukkan polimorfi kalsit. Hasil yang diperoleh sesuai dengan JCPDS 00-005-0586 untuk kalsit, 01-074-1867 untuk vaterit dan 01-076-0606 untuk aragonit yang terdapat pada Lampiran D. Berikut merupakan difraktogram dari kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis pada lama pengadukan 30, 60, dan 90 menit tersaji pada Gambar 4.8 dan puncak  $2\theta$  pada Tabel 4.6 a-b.



**Gambar 4.8:** Difraktogram kalsium karbonat terendapkan hasil sintesis lama pengadukan 30, 60, dan 90 menit

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa lama pengadukan mempengaruhi polimorfi yang terbentuk. Vaterit yang membentuk kristal kalsit selama beberapa jam dan bentuk aragonit kalsit selama beberapa bulan pada suhu kamar. Lebih tinggi suhu, maka mempercepat transformasi [36]. Kalsium karbonat terendapkan yang terbentuk dari larutan air yang sangat jenuh, aragonit yang didominasi terbentuk pada  $70^{\circ}\text{C}$  dan vaterit terbentuk pada  $30^{\circ}\text{C}$  [37].

**Tabel 4.6a:** Sudut 2 $\theta$  kalsium karbonat terendapkan lama pengadukan 30 menit

Sudut 2 $\theta$	Intensitas (%)	Bentuk Kristal
29,3437	100,00	Kalsit
27,0531	25,91	Vaterit
32,7062	19,75	Vaterit
48,4130	19,30	Aragonit
47,4583	19,18	Kalsit
39,4483	17,38	Kalsit
39,3308	17,24	Kalsit

**Tabel 4.6b:** Sudut 2 $\theta$  kalsium karbonat terendapkan lama pengadukan 60 menit

Sudut 2 $\theta$	Intensitas (%)	Bentuk Kristal
29,3862	100,00	Kalsit
27,0778	31,12	Vaterit
32,7802	26,58	Vaterit
47,4265	21,44	Kalsit
24,9141	19,77	Vaterit
48,4370	19,73	Aragonit
43,8084	15,19	Vaterit

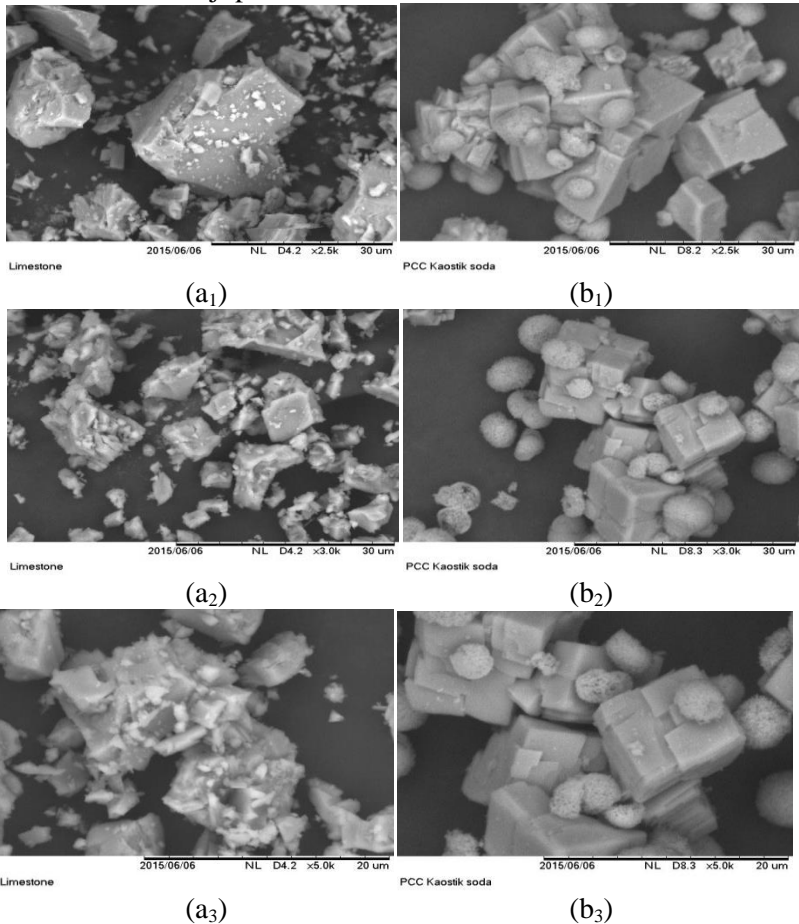
**Tabel 4.6c:** Sudut 2 $\theta$  kalsium karbonat terendapkan lama pengadukan 90 menit

Sudut 2 $\theta$	Intensitas (%)	Bentuk Kristal
29,3404	100,00	Kalsit
27,0125	55,97	Vaterit
32,7484	51,34	Vaterit
24,8652	36,05	Vaterit
43,7373	29,02	Vaterit
49,9748	21,88	Vaterit
39,3175	17,09	Kalsit



#### 4.3.4 Karakterisasi Batu Kapur dan $\text{CaCO}_3$ dengan SEM-EDX

Karakterisasi SEM-EDX bertujuan untuk mengetahui morfologi dan komposisi unsur yang terkandung didalamnya. Hasil analisis SEM tersaji pada Gambar 4.9.



Keterangan Gambar : (a) batu kapur

(b)  $\text{CaCO}_3$  lama pengadukan 60 menit

(1) perbesaran 2500 kali

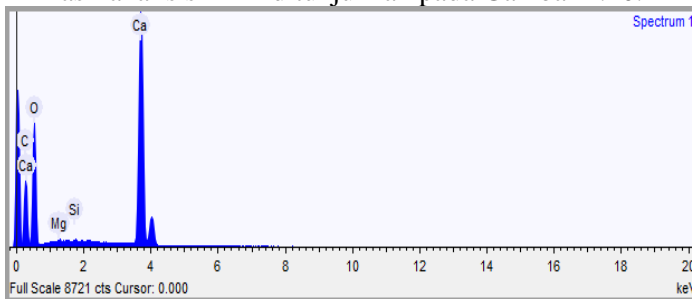
(2) perbesaran 3000 kali

(3) perbesaran 5000 kali

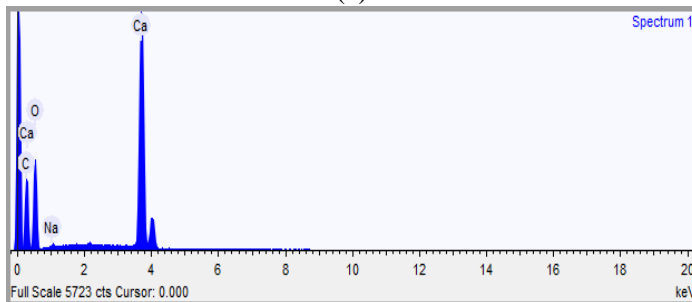
**Gambar 4.9:** Morfologi SEM batu kapur dan  $\text{CaCO}_3$  terendapkan

Berdasarkan hasil SEM pada Gambar 4.9, diketahui bahwa batu kapur memiliki polimorfi kalsit dengan struktur prismatic, sedangkan untuk  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis memiliki polimorfi campuran kalsit dengan struktur *rhombohedral* dan vaterit dengan struktur *sphere*. Dari setiap perbesaran menunjukkan bahwa  $\text{CaCO}_3$  hasil sintesis memiliki struktur yang lebih terstruktur jika dibandingkan dengan sampel batu kapur. Hal ini dikarenakan pengotor yang terdapat pada sampel batu kapur telah hilang ketika disintesis menjadi kalsium karbonat terendapkan. Hasil yang didapat telah sesuai dengan bentuk kristal standar dari  $\text{CaCO}_3$  [7, 25, 26].

Hasil analisis EDX ditunjukkan pada Gambar 4.10.



(a)



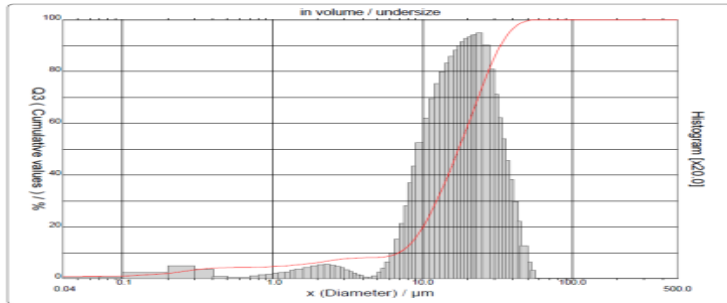
(b)

**Gambar 4.10:** EDX (a) batu kapur dan (b) kalsium karbonat terendapkan

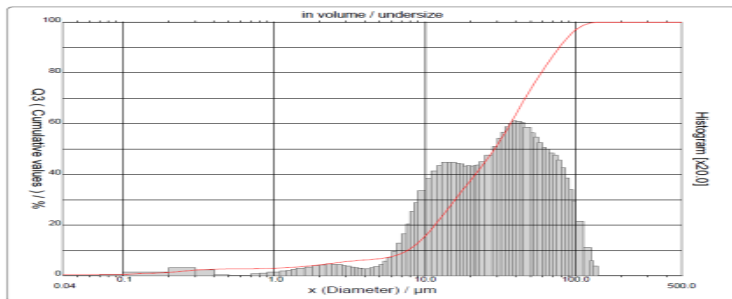
Berdasarkan Gambar 4.10, bahan baku batu kapur memiliki kadar kalsium sebesar 28,267%. Setelah dilakukan proses sintesis,  $\text{CaCO}_3$  terendapkan memiliki kadar kalsium yang lebih tinggi yaitu sebesar 31,565%.

#### 4.3.5 Karakterisasi $\text{CaCO}_3$ Terendapkan dengan PSA

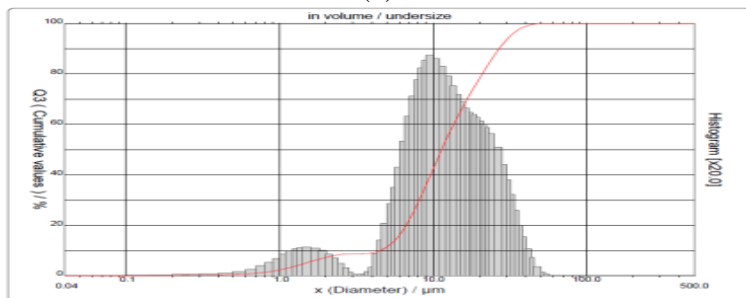
Karakterisasi PSA bertujuan untuk mengetahui ukuran partikel dan distribusinya dari senyawa berupa emulsi, suspensi, dan bubuk kering secara representatif. Hasil analisis ukuran partikel tersaji pada Gambar 4.11.



(a)



(b)



(c)

**Gambar 4.11:** Distribusi ukuran partikel kalsium karbonat terendapkan lama pengadukan (a) 30 menit, (b) 60 menit, (c) 90 menit

Mekanisme pembentukan partikel dari ketiga polimorfi kalsium karbonat terendapkan dibagi menjadi dua yaitu partikel primer dan sekunder. Partikel primer merupakan partikel yang memiliki ukuran dibawah 20  $\mu\text{m}$  dan akan membentuk agregat luas sehingga menjadi partikel sekunder dengan ukuran < 100  $\mu\text{m}$ . Partikel sekunder yang lebih besar terbentuk karena partikel-partikel yang terus tumbuh pada larutan yang jenuh. Agregasi merupakan faktor yang signifikan dalam mekanisme pertumbuhan partikel yang lebih besar sedangkan kontribusi dari pertumbuhan primer diabaikan [64].

Berdasarkan hasil *Particle Size Distribution* (PSD),  $\text{CaCO}_3$  terendapkan hasil sintesis dengan lama pengadukan 30 menit didapatkan dispersi ukuran berdasarkan angka pada diameter 10% sebesar 6,94  $\mu\text{m}$ , diameter 50% sebesar 17,41  $\mu\text{m}$  dan diameter 90% sebesar 33,14  $\mu\text{m}$ . Pada lama pengadukan 60 menit didapatkan dispersi ukuran berdasarkan angka pada diameter 10% sebesar 7,67  $\mu\text{m}$ , diameter 50% sebesar 28,96  $\mu\text{m}$  dan diameter 90% sebesar 77,73  $\mu\text{m}$ . Sedangkan pada lama pengadukan 90 menit didapatkan dispersi ukuran berdasarkan angka pada diameter 10% sebesar 4,53  $\mu\text{m}$ , diameter 50% sebesar 11,35  $\mu\text{m}$  dan diameter 90% sebesar 26,96  $\mu\text{m}$ . Ukuran partikel yang didapatkan sama dengan literatur yaitu dengan ukuran < 100  $\mu\text{m}$ . Ukuran partikel < 100  $\mu\text{m}$  terbentuk akibat dari partikel-partikel yang terus tumbuh beragregasi pada larutan yang jenuh [64]. Berikut tersaji ukuran partikel kalsium karbonat terendapkan dari masing-masing lama pengadukan pada Tabel 4.7.

**Tabel 4.7:** Ukuran partikel kalsium karbonat terendapkan

Lama reaksi (menit)	Diameter ( $\mu\text{m}$ )		
	10%	50%	90%
30	6,94	17,41	33,14
60	7,67	28,96	77,73
90	4,53	11,35	26,96

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Kesimpulan dari penelitian ini :

1. Konsentrasi  $\text{HNO}_3$  dan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  optimum untuk membentuk  $\text{CaCO}_3$  terendapkan adalah 6M dan 1M dengan karakteristik padatan halus berwarna putih dan rendemen sebesar 63,8%.
2. Lama pengadukan berpengaruh terhadap polimorfi yang terbentuk yaitu semakin lama pengadukannya maka kristal yang terbentuk akan bertransformasi ke polimorfi yang stabil.
3. Polimorfi yang terbentuk pada penelitian ini adalah dominan vaterit – kalsit yang ditunjukkan pada karakterisasi dengan FT-IR, XRD, dan SEM-EDX.

#### **5.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya yaitu :

1. Langkah pemurnian Fe dalam  $\text{CaCO}_3$  terendapkan.
2. Menggunakan variasi laju alir dan temperatur untuk mengetahui faktor yang signifikan terhadap polimorfi yang terbentuk.
3. Menggunakan variasi lama pengadukan yang lebih panjang agar terlihat perbedaan yang signifikan dalam pembentukan polimorfinya.
4. Menambahkan parameter yang dapat mempengaruhi ukuran partikelnya yang terbentuk atau dapat dilakukan secara fisik.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Park, dkk., 2008, **Effect of Magnesium Chloride and Organic Additives on The Synthesis of Aragonite Precipitated Calcium Carbonate**, *Journal of Crystal Growth*, Vol. 310, Page 2593 - 2601.
- [2] Munasir, Triwikantoro, M. Zainuri, Darminto, 2012, **Uji XRD dan XRF pada Bahan Mineral (Batuan dan Pasir) Sebagai Sumber Material Cerdas ( $\text{CaCO}_3$  dan  $\text{SiO}_2$ )**, *Jurnal Penelitian Fisika dan Aplikasinya (JPFA)*, Vol. 2, No. 1.
- [3] Wang, L., Sondi I., dan Matijevic E., 1999, **Preparation of Uniform Needlike Aragonite Particles By Homogenous Precipitation**, *Colloid and Interface Science*, 218: 545.
- [4] Haryanto, B, 2011, **Potensi Pembuatan PCC dari Batu Kapur di Sumatera Barat**, Teknik Kimia Universitas BungHatta, <http://www.scribd.com/doc/59914238/Potensi-Pembuatan-PCC-Dari-Batu-Kapur-Di-Sumatera-Barat>.
- [5] Jamarun, N., Yulfitrin., dan Syukri A., 2007, **Pembuatan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) dari Batu Kapur dengan Metode Kaustik Soda**, *J. Ris. Kim*, Vol. 1, No. 1.
- [6] Arifin, Zainal, Darminto, dkk, 2010, **Identifikasi dan Karakterisasi Batu Kapur ( $\text{CaCO}_3$ ) Kemurnian Tinggi Sebagai Potensi Unggulan di Kabupaten Tuban**, Jurusan Fisika, MIPA, ITS, Surabaya.
- [7] Ahn, J.W., dkk., 2005, **Synthesis Single Phase Aragonite Precipitated Calcium Carbonate in  $\text{Ca(OH)}_2$ -  $\text{Na}_2\text{CO}_3$** .

- [8] Oates, J.A.H., 1998, **Lime and Limestone, Chemistry and Technology**, Production and Uses Wiley-Vch.
- [9] Gronfors, J., 2010, **Use of Fillers in Paper and Paperboard Grades**, Tampere University of Applied Sciences, International Pulp and Paper Technology.
- [10] Lailiyah, Q., Apriliani N.F., Mastuki, 2011, **Identifikasi dan Karakterisasi Batu Kapur Tuban untuk Pengembangan Produk  $\text{CaCO}_3$** , Jurusan Fisika, FMIPA, ITS, Surabaya.
- [11] Apriliani, N.F, dkk., 2011, **Identifikasi dan Karakterisasi Batu Kapur Tuban untuk Pengembangan Produk  $\text{CaCO}_3$** , Laporan Coop Penelitian Jurusan Fisika, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- [12] Patnaik, P., 2002, **Handbook of Inorganic Chemicals**, Mc Graw Hill Co, New York.
- [13] Febriana, E., 2011, **Kalsinasi Dolomit Lamongan Untuk Pembuatan Kalsium-Magnesium Oksida Sebagai Bahan Baku Kalsium dan Magnesium Karbonat Presipitat**, *Skripsi*, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia.
- [14] Gunawan, H., Yong S.H., Masayoshi F., Minoru T., 2005, **Synthesis of Hollow Calcium Carbonate Particles by The Bubble Templating Method**, *Materials Letters*, Vol. 59, No. 19 - 20.
- [15] Piskin, S dan Ozdemir O.D., 2012, **Effect of Process Conditions on Crystal Structure of Precipitated**

**Calcium Carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) from Fly Ash:  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Preparation Conditions**, *International Journal of Biological, Ecological and Environmental Sciences*, Vol. 1, Issue 6, Page 192 - 195.

- [16] Lailiyah, Q., Malik A. B., Darminto, 2012, **Pengaruh Temperatur dan Laju Aliran Gas  $\text{CO}_2$  pada Sintesis Kalsium Karbonat Presipitat dengan Metode Bubbling**, *Jurnal Sains dan Seni ITS*, Vol. 1, No. 1.
- [17] Piskin, S., Ozgul, Dere O., 2012, **Effect of Process Conditions on Crystal Structure of Precipitated Calcium Carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) from Fly Ash :  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  Preparation Conditions**, *International Journal of Biological, Ecological and Environmental Science (IJBEES)*, Vol. 1, No. 6.
- [18] Yuniari, A., Herminiwati, 2010, **Penggunaan Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Sebagai Filler Untuk Sol Karet Sepatu Olahraga**, *Majalah Kulit, Karet dan Plastik*, Vol. 26, No. 1.
- [19] Arief, S., 2009, **Potensi Riset Nano : Allansi Strategis PCC**, Universitas Andalas, Padang.
- [20] Sezer, N., 2013, **Production of Precipitated Calcium Carbonate From Marble Wastes**, *Thesis Mining Engineering*.
- [21] Christos, G. K dan Veganas N.V., 2002, **Calcium Carbonate Phase Analysis Using XRD and FT. Raman Spectroscopy**, *The Royal Society of Chemistry*, Page 269 - 274.
- [22] Waltham, T, 2002, **Foundation of Engineering Geology**, *SPON PRESS*, London and New York.



- [23] Lopez, M.A., Morales G., dan Clemente R., 1996, *J. Cryst Growth*, Page 166 - 1015.
- [24] Rui Juan, Q dan Zhu Y.Z., 2006, **Microwave-Assisted Synthesis of Calcium (Vaterite) of Various Morphologies in Water-Ethylene Glycol Mixed Solvents**, *J. Phys. Chem B*, Vol. 110, Page 8302 - 8306.
- [25] Azis, M., 1997, **Kalsium Karbonat, Karakteristik serta Penggunaanya dalam Industri**, *Makalah Teknik*, Nomor 3, Tahun 6.
- [26] Gupta, R., 2004, **Synthesis of Precipitated Calcium Carbonate Nanoparticles Using Modified Emulsion Membranes**, *Thesis*, Georgia Institute of Technology.
- [27] Lina, Z., Jingdong F., dan Zichen W., 2009, **In Situ Synthesis and Modification of Calcium Carbonate Nanoparticles via a Bobbling Method**, *Science in China Series B: Chemistry*, Vol. 52, Issue 7, Page 924 - 929.
- [28] Yong, S.H., Gunawan H., Masayoshi F dan Minoru T., 2006, **Factors Affecting the Phase and Morphology of CaCO<sub>3</sub> Prepared by a Bubbling Method**, *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 26, No. 4 - 5, Page 843 - 847.
- [29] Zeshan, H., dkk., 2009, **Synthesis of Needle-Like Aragonite from Limestone in The Presence of Magnesium Chloride**, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 209, No. 3, Page 1607 - 1611.
- [30] Nikos, S dan Petros G.K., 1998, **The Transformation of Vaterite to Calcite: Effect of the Conditions of The**

**Solutions in Contact with The Mineral Phase**, *Journal of Crystal Growth*, Vol. 191, No. 4, Page 783 - 790.

- [31] Hideo, W., dkk., 2009, **Effect of Initial pH on Formation of Hollow Calcium Carbonate Particles by Continuous CO<sub>2</sub> Gas Bubbling Into CaCl<sub>2</sub> Aqueous Solution**, *Advanced Powder Technology*, Vol. 20, No. 1, Page 89 - 93.
- [32] Franta, I., 1989, **Elastomer and Rubber Compounding Materials**, Elvisier, Tokyo.
- [33] Thieman, M., 1991, **Nitric Acid : Ullmans Encyclopedia of Industrial Chemistry** (ed. Barbara Elvers, et.al), Vol. A. 17, Germany.
- [34] Brady, J.E dan Holum J.R., 1992, **Chemistry The Study of Matter and Its Changes**, John Wiley and Sons, New York.
- [35] Jamarun, N., Rahmadanis, Arif S., 2005, **Pengaruh Temperatur Karbonasi Pada Pembentukan PCC**, *J. Kimia Andalas*, Vol. 11, No. 1.
- [36] Yamaguchi, T dan Murakawa K., 1981, **Preparation of Spherical Calcium Carbonate (Vaterite) Powder Transition to Calcite in Water**, *Zairyo*, Vol. 30, Page 856 - 860.
- [37] Wray, J.L dan Daniels F., 1957, **Precipitation of Calcite and Aragonite**, *Journal of American Chemical Society*, Vol. 70, Page 2031 - 2034.

- [38] Ogino, T., Toshio S., Kiyoshi S., 1987, **The Formation and Transformation Mechanism of Calcium Carbonate in Water**, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, Vol. 51, Page 2757 - 2767.
- [39] Jenkin, R., 1988, **X-Ray Fluorescence Spectrometry**, John Wiley and Sons, USA.
- [40] Kittel, C., 1996, **Introduction to Solid State Physics**, John Wiley and Sons, Singapore.
- [41] Tai, C.Y. dan Chen C., 2008, **Particle Morphology, Habit, and Size Control of CaCO<sub>3</sub> Using Reverse Microemulsion Technique**, *Chemical Engineering Science*, 63(14), 3632-3642.
- [42] Siesler, H.W., *et.al.*, 2002, **Near-Infrared Spectroscopy: Principles, Instruments, Application**, Willey-VCH, Germany.
- [43] Chen, J dan Xiang L., 2009, **Controllable Synthesis of Calcium Carbonate Polymorphs at Different Temperatures**, *Powder Technology*, 189(1), 64-69.
- [44] Wang, dkk., 2010, **Combination of Adsorption by Porous CaCO<sub>3</sub> Microparticles**, *International Journal of Pharmaceutics*, Vol. 308, p. 160–167.
- [45] Grove, E.L dan Alfred J.P., 1970, **Developments in Applied Spectroscopy Volume 7B**, Plenum press, London.
- [46] Siswosuwarno, M., 1996, **Scanning Electron Microscope sebagai Salah Satu Teknik Pemeriksaan Material**,

- [47] Whan, R.E, dkk., 1992, **ASM Hand Book Vol. 8 Metallographic Techniques Microstructure**, ASM International, New York.
- [48] Etzler, F.M., 2004, **Particle Size Analysis: A Comparison of Methods**, *American Pharmaceutical Review*.
- [49] Febriana, E., 2011, **Kalsinasi Dolomit Lamongan Untuk Pembuatan Kalsium-Magnesium Oksida Sebagai Bahan Baku Kalsium dan Magnesium Karbonat Presipitat**, *Skripsi*, Universitas Indonesia.
- [50] Cole, G.A., 1988, **Textbook of Limnologi Third Edition**, Waverland Press Inc, New York.
- [51] Abdel, A.N., Satoh K., Sawada K., 2002, **Study of The Adhesion Mechanism of  $\text{CaCO}_3$  Using a Combined Bulk Chemistry/QCM Technique**, *Journal of Crystal Growth*, Vol. 245, p. 87-100.
- [52] Ruiz, M.G., dkk., 2009, **Characterization of Calcium Carbonate, Calcium Oxide and Calcium Hydroxide as Starting Point to The Improvement of Lime for Their Use in Construction**, *J. Of Mat. In Civil Eng*, Vol 100, p. 694-698.
- [53] Grandos, M.L., dkk., 2007, **Biodiesel from Sunflower Oil Using Activated Calcium Oxide**, *App. Catal. B. Envi*, Vol. 73, p. 317-326.

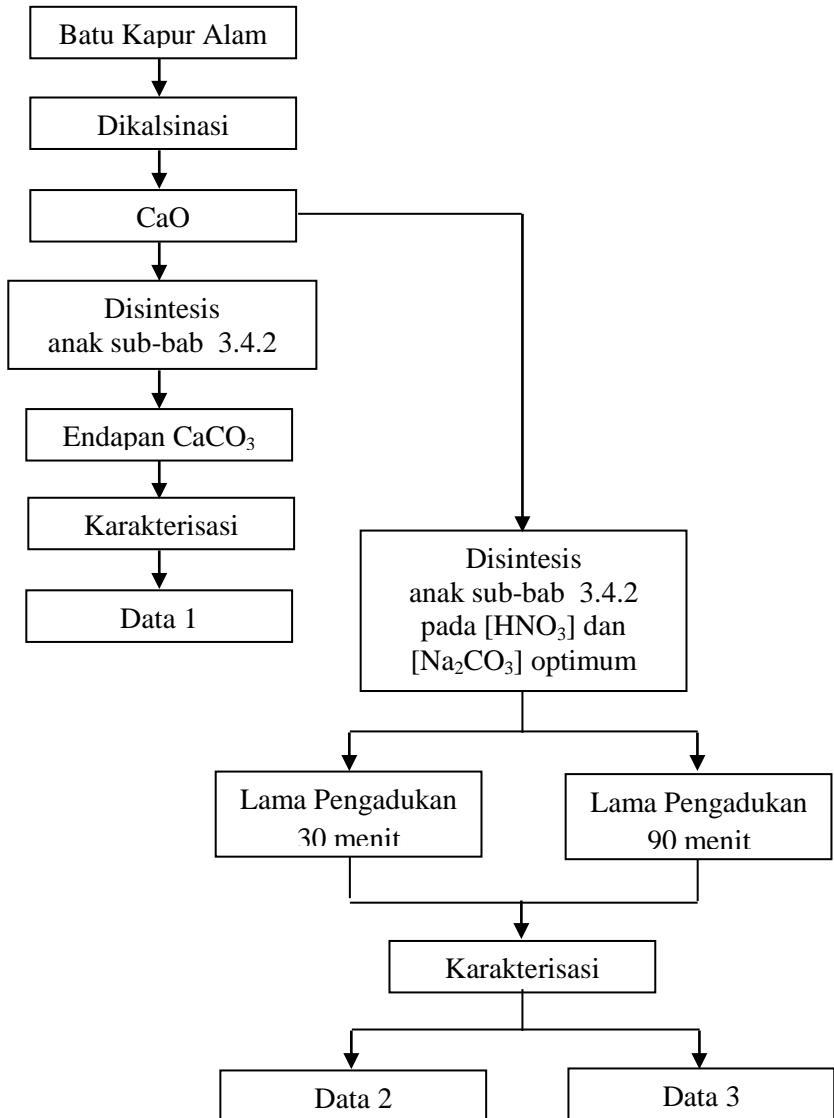
- [54] Adler, H.H dan Kerr P.F., 1963, **Mineral**, *Journal America*, Vol. 48, p. 124.
- [55] Moencke, H., 1963, **Mineralspektren I**, *Berlin*, Vol. 66.
- [56] Sterzel, W dan Chorinsky E., 1968, **Spectrochim**, *Acta Part A* 24, p. 353.
- [57] Nakamoto, K., dkk., 1957, **Chemistry**, *Soc* 79, p. 4904.
- [58] Sato, M dan Matsuda S.Z., 1969, **Kristallogr**, Vol 126, p. 405.
- [59] Donoghue, M., dkk., 1971, **Spectrochim**, *Acta Part A* 27, p. 1065.
- [60] Weir, C.E dan Lippincont E.R., 1961, *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, Ser. A 65, p. 173.
- [61] Shen, Y., dkk., 2007, **Controlled Synthesis of Calcium Carbonate Nanocrystals with Multi Morphologies in Different Bicontinuous Microemulsions**, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 443, p. 95-100.
- [62] Yanti, P.H., Novesar J., Syukri A., 2012, **Synthesis Precipitated Calcium Carbonate (PCC) Using Lisin as Directing Agent**, *Seminar UR-UKM Optimiliasi Riset Sainns dan Teknologi dalam Pembangunan Berkelanjutan*, Repository Universitas Riau, p. 31-33.
- [63] Blanton, T.N dan Craig L.B., 2005, **Quantitative Analysis of Calcium Oxide Desiccant Conversion to Calcium Hydroxide using X-Ray Diffraction**, *Advances in X-Ray Analysis*, Vol. 48, p. 45-51.

- [64] Andreassen, J.P., 2001, **Growth and Aggregation Phenomena in Precipitation of Calcium Carbonate**, *Thesis*, Department of Chemical Engineering, Norwegian University of Science and Technology.

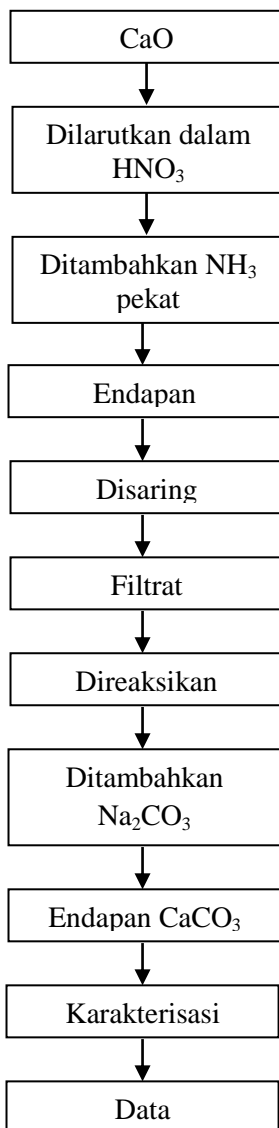
## LAMPIRAN

### Lampiran A. Skema Kerja

#### A.1 Sintesis Kalsium Karbonat Terendapkan



## A.2 Pemurnian Besi





## Lampiran B. Perhitungan

### B.1 Perhitungan $\text{Na}_2\text{CO}_3$

#### 1. 1 M $\text{Na}_2\text{CO}_3$

$$n = M \cdot V$$

$$= 1 \text{ M} \cdot 0,25 \text{ L}$$

$$= 0,25 \text{ mol}$$

$$\text{Massa} = n \cdot \text{Mr}$$

$$= 0,25 \text{ mol} \cdot 105,99 \text{ g/mol}$$

$$= 26,5 \text{ gram}$$

#### 2. 0,75 M $\text{Na}_2\text{CO}_3$

$$n = M \cdot V$$

$$= 0,75 \text{ M} \cdot 0,25 \text{ L}$$

$$= 0,1875 \text{ mol}$$

$$\text{Massa} = n \cdot \text{Mr}$$

$$= 0,1875 \text{ mol} \cdot 105,99 \text{ g/mol}$$

$$= 19,87 \text{ gram}$$

#### 3. 0,5 M $\text{Na}_2\text{CO}_3$

$$n = M \cdot V$$

$$= 0,5 \text{ M} \cdot 0,25 \text{ L}$$

$$= 0,125 \text{ mol}$$

$$\text{Massa} = n \cdot \text{Mr}$$

$$= 0,125 \text{ mol} \cdot 105,99 \text{ g/mol}$$

$$= 13,25 \text{ gram}$$

#### 4. 0,25 M $\text{Na}_2\text{CO}_3$

$$n = M \cdot V$$

$$= 0,25 \text{ M} \cdot 0,25 \text{ L}$$

$$= 0,0625 \text{ mol}$$

$$\text{Massa} = n \cdot \text{Mr}$$

$$= 0,0625 \text{ mol} \cdot 105,99 \text{ g/mol}$$

$$= 6,63 \text{ gram}$$

### B.2 Pengenceran $\text{HNO}_3$ 65%

$$\rho = 1,4 \text{ g/mL}$$

$$\text{Mr} = 63,01 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa HNO}_3 = \frac{65}{100} \times \text{massa larutan (g)}$$

$$V. \text{ larutan} = \frac{\text{massa larutan (g)}}{\rho \text{ larutan (g/mL)}} \times \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}}$$

$$M. \text{ terlarut} = \frac{n \text{ terlarut}}{V \text{ larutan}}$$

$$= \frac{\frac{65}{100} \times \text{massa larutan} \times 1 / M_r}{\text{massa larutan} / \rho \text{ larutan} \times 1 / 1000}$$

$$M. \text{ terlarut} = \frac{65 \times \rho \text{ larutan} \times 10}{M_r}$$

$$= \frac{65 \times 1,4 \frac{g}{mL} \times 10}{63,01 \text{ g/mol}}$$

$$= 14,44 \text{ M}$$

**1. 8 M**

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$14,44 \text{ M} \cdot V_1 = 8 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 55,4 \text{ mL}$$

**2. 6 M**

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$14,44 \text{ M} \cdot V_1 = 6 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 41,55 \text{ mL}$$

**3. 4 M**

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$14,44 \text{ M} \cdot V_1 = 4 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = 27,7 \text{ mL}$$

**4. 2 M**

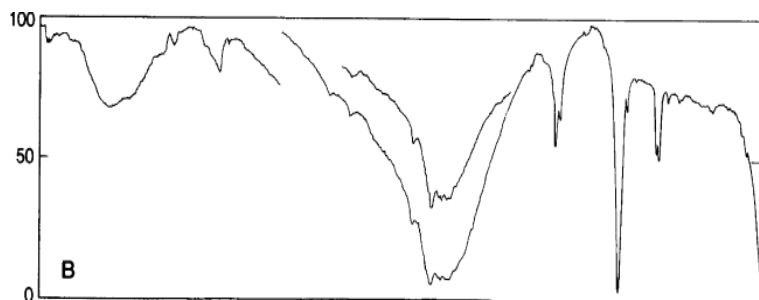
$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$14,44 \text{ M} \cdot V_1 = 2 \text{ M} \cdot 100 \text{ mL}$$

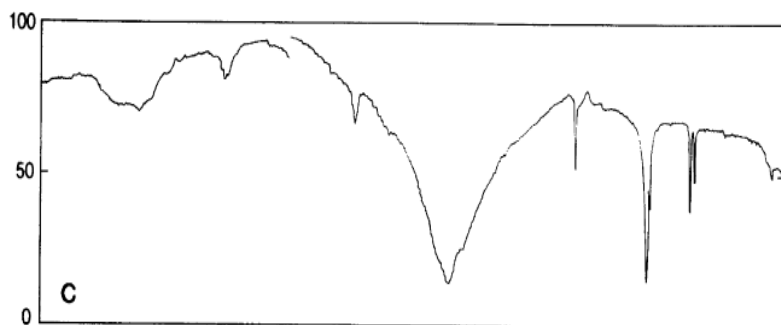
$$V_1 = 13,85 \text{ mL}$$

## Lampiran C. Spektra FT-IR Standar

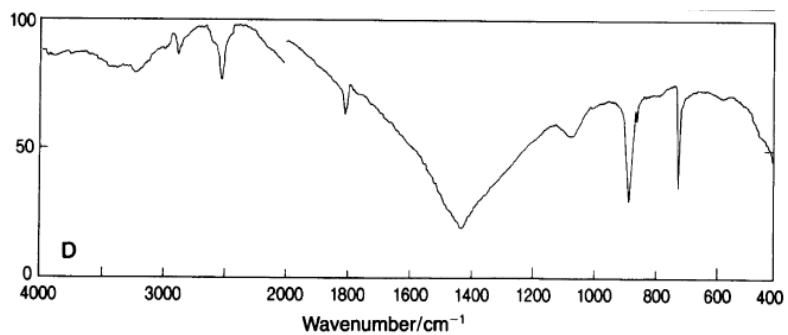
### C.1 Kristal Vaterit



### C.2 Kristal Aragonit



### C.3 Kristal Kalsit



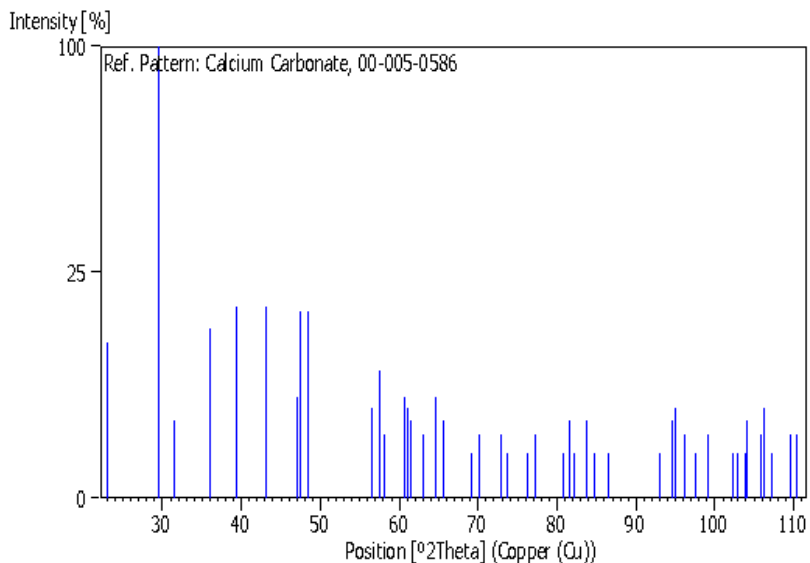
#### C.4 Vibrasi Karbonat Semua Polimorfi

Aragonit				Vaterit				Kalsit			
v1	v2	v3	v4	v1	v2	v3	v4	v1	v2	v3	v4
1080	855	1470	710 ; 696	1090	878	1450	741	1087	874	1430	710
1085	875	1550	712 ; 699	1088	876	1480	745	1079	876	1435	712
1087	866	1430	715 ; 703	1089	877	1490	744		881	1432	713
1084	859	1472	713 ; 699	1085	870	1420	750		877	1422	715
1082	857	1485	713 ; 700						870	1419	
1083	853	1511	715 ; 700							1430	
1081		1489	712 ; 694								
		1475									

Aragonit				Vaterit				Kalsit			
v1	v2	v3	v4	v1	v2	v3	v4	v1	v2	v3	v4
1083	854	1488	713	1089	877	1487	746		877	1420	713
1085		1490	714	1088	878	1498	750		876	1423	
		1440	700		873	1445	738				
		1442				1443	743				

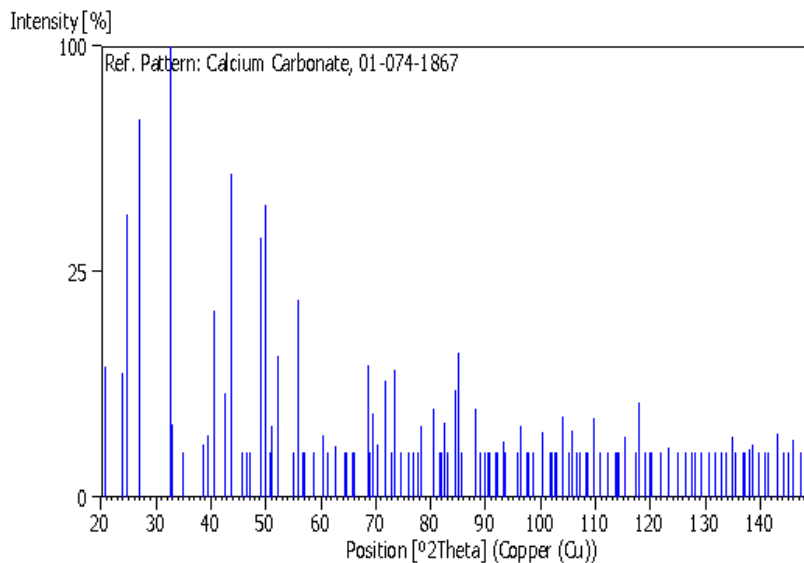
## Lampiran D. JCPDS Kalsium Karbonat Terendapkan

### D.1 Kristal Kalsit



No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	2	3.86000	23.022	12.0
2	1	0	4	3.03500	29.406	100.0
3	0	0	6	2.84500	31.418	3.0
4	1	1	0	2.49500	35.966	14.0
5	1	1	3	2.28500	39.402	18.0
6	2	0	2	2.09500	43.146	18.0
7	0	2	4	1.92700	47.124	5.0
8	0	1	8	1.91300	47.490	17.0
9	1	1	6	1.87500	48.514	17.0
10	2	1	1	1.62600	56.555	4.0
11	1	2	2	1.60400	57.402	8.0
12	1	0	10	1.58700	58.075	2.0
13	2	1	4	1.52500	60.678	5.0
14	2	0	8	1.51800	60.987	4.0

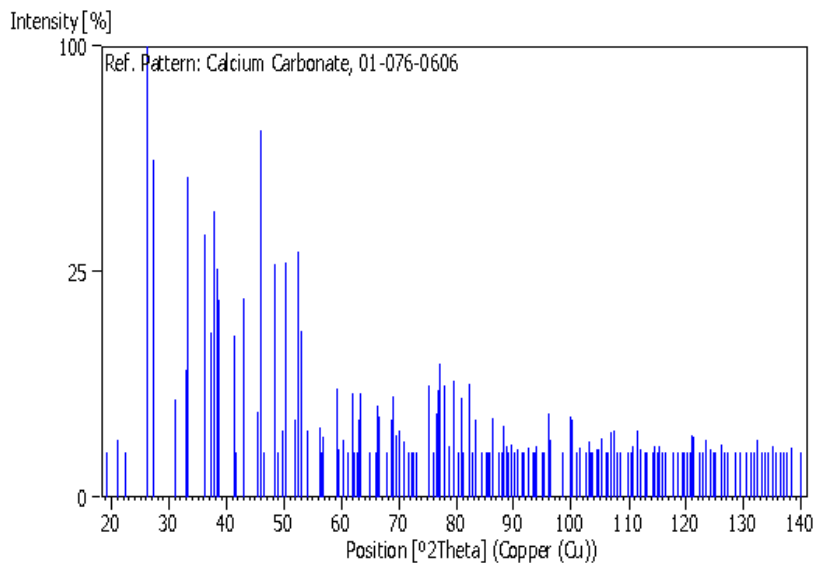
## D.2 Kristal Vaterit



No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	2	4.24000	20.935	8.3
2	1	0	1	3.71300	23.947	7.5
3	1	1	0	3.57630	24.877	39.6
4	0	2	0	3.57630	24.877	39.6
5	1	1	1	3.29420	27.046	70.6
6	0	2	1	3.29420	27.046	70.6
7	1	1	2	2.73310	32.740	100.0
8	0	2	2	2.73310	32.740	100.0
9	1	2	0	2.70300	33.115	2.6
10	1	2	1	2.57530	34.808	1.0
11	1	0	3	2.33260	38.566	1.4
12	1	2	2	2.27920	39.506	1.9
13	1	1	3	2.21760	40.652	17.2
14	0	2	3	2.21760	40.652	17.2
15	0	0	4	2.12000	42.612	5.4
16	1	3	0	2.06430	43.820	51.4
17	2	0	0	2.06430	43.820	51.4
18	2	1	0	1.98390	45.694	0.1
19	1	2	3	1.95360	46.444	0.3
20	2	1	1	1.93180	47.000	0.1
21	2	0	2	1.85600	49.043	33.1

22	1	3	2	1.85600	49.043	33.1
23	1	1	4	1.82360	49.973	42.0
24	0	2	4	1.82360	49.973	42.0
25	2	1	2	1.79690	50.768	0.2
26	0	4	0	1.78810	51.036	2.5
27	2	2	0	1.78810	51.036	2.5
28	0	4	1	1.74910	52.259	9.8
29	2	2	1	1.74910	52.259	9.8
30	1	3	3	1.66810	55.004	0.5
31	1	2	4	1.66810	55.004	0.5
32	0	4	2	1.64760	55.748	19.1
33	2	2	2	1.64760	55.748	19.1
34	2	1	3	1.62390	56.634	0.1
35	1	4	1	1.61060	57.145	0.1
36	1	0	5	1.56890	58.810	0.2
37	0	2	5	1.53240	60.354	1.9
38	1	1	5	1.53240	60.354	1.9

### D.3 Kristal Aragonit



No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	1	1	4.65550	19.048	0.2
2	1	1	0	4.21010	21.085	1.6
3	0	2	0	3.98200	22.308	0.6
4	1	1	1	3.39440	26.233	100.0
5	0	2	1	3.27140	27.238	56.3
6	0	0	2	2.86900	31.149	4.7
7	1	2	1	2.73090	32.767	8.0
8	0	1	2	2.69920	33.163	50.5
9	2	0	0	2.48340	36.140	34.1
10	1	0	2	2.48340	36.140	34.1
11	0	3	1	2.40930	37.292	13.4
12	1	1	2	2.37080	37.920	40.4
13	1	3	0	2.34050	38.430	25.6
14	0	2	2	2.32770	38.650	19.1
15	2	1	1	2.18870	41.213	12.9
16	1	3	1	2.16720	41.640	0.5
17	1	2	2	2.10510	42.929	19.6
18	2	2	0	2.10510	42.929	19.6
19	0	4	0	1.99100	45.522	3.6
20	2	2	1	1.97630	45.880	66.6
21	0	3	2	1.94850	46.573	0.5



22	0	4	1	1.88100	48.349	26.8
23	2	0	2	1.87610	48.483	20.4
24	0	1	3	1.85980	48.936	0.4
25	2	1	2	1.82620	49.897	2.2
26	1	3	2	1.81360	50.268	27.1
27	1	4	1	1.75880	51.949	3.0
28	1	1	3	1.74140	52.507	29.8
29	2	3	1	1.72810	52.943	6.9
30	0	2	3	1.72410	53.075	13.5
31	2	2	2	1.69720	53.984	2.2
32	0	4	2	1.63570	56.189	2.4
33	1	2	3	1.62850	56.460	0.9
34	3	1	0	1.61880	56.829	1.8
35	3	1	1	1.55790	59.267	5.8
36	0	3	3	1.55260	59.489	1.1
37	2	4	0	1.55260	59.489	1.1
38	0	5	1	1.53480	60.250	1.6

## D.4 Ca(OH)<sub>2</sub>

